

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-163223

(43)Date of publication of application : 29.06.1993

(51)Int.Cl.

C07C235/56

A61K 31/19

A61K 31/19

A61K 31/19

A61K 31/41

C07D257/04

(21)Application number : 03-361584

(71)Applicant : YAMANOUCHI PHARMACEUT CO
LTD

(22)Date of filing : 17.12.1991

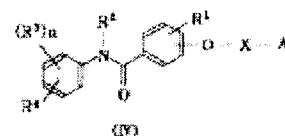
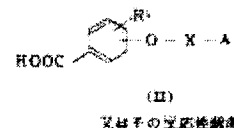
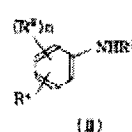
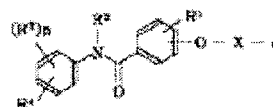
(72)Inventor : MASE TOSHIYASU
IGARASHI SUSUMU
NODA KAZUO
KIMURA TAKENORI
KAMITOKU HIROSHI

(54) NEW BENZANILIDE DERIVATIVE OR ITS SALT

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a new benzanilide derivative useful as a medicine, especially as a testosterone-5 α -reductase inhibitor for prostatic hypertrophy, etc.

CONSTITUTION: A compound expressed by formula I [A is carboxyl, formula V or CONH-B-R5 (B is single bond or alkylene; R5 is OH, carboxyl or CN); X is alkylene; R1 is H, alkyl, alkoxy or halogen; R2 is alkyl or H; R3 is alkyl, halogen or 4-isobutylbenzyloxy; (n) is 0-4; R4 is substitutable alkyl or Y1-Y2-R6 (Y1 is O or CO; Y2 is single bond or alkylene; R6 is branched alkyl, alkenyl or phenyl), etc.] or its salt, e.g. 4-[0-[N-(p-phenoxyphenyl) carbamoyl]phenoxy]butanoic acid. A substituted aniline expressed by formula II is reacted with a compound expressed by formula III [A' is alkoxycarbonyl or CONH-B-COOR10 (R10 is alkyl)] and the ester residue is then removed from the resultant compound expressed by formula IV to afford the objective compound, expressed by formula I and having the carboxyl group.



(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-163223

(43)公開日 平成5年(1993)6月29日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 235/56		7106-4H		
A 6 1 K 31/19	ACV	8413-4C		
	AED			
	A E J			
31/41	ADA	7252-4C		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 90 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平3-361584	(71)出願人	000006677 山之内製薬株式会社 東京都中央区日本橋本町2丁目3番11号
(22)出願日	平成3年(1991)12月17日	(72)発明者	間瀬 年康 千葉県松戸市二十世紀が丘丸山町81番地
		(72)発明者	五十嵐 道 茨城県つくば市二の宮2-5-9 ルーミ 一筑波 318
		(72)発明者	野田 一生 茨城県つくば市二の宮2-5-9 ルーミ 一筑波 331
		(74)代理人	弁理士 長井 省三 (外1名)

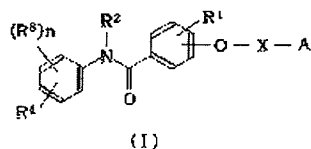
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 新規なベンズアニリド誘導体またはその塩

(57)【要約】

【構成】 下記一般式(I)で示される、新規なベンズアニリド誘導体又はその塩

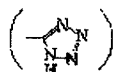
【化1】



【式中、Aはカルボキシル基、テトラゾリル基

【化2】

【化2】



、または式-CONH-B-R'で示される基(式中、Bは単結合又はアルキレン基を、R'は水酸基、カルボキシル基又はシアノ基を夫々意味する。)を、Xは直鎖又は分岐の低級アルキレン基を、R¹は低級アルキル基

又は低級アルコキシ基またはハロゲン原子を、R²は同一又は異って低級アルキル基または水素原子を、R³は低級アルキル基、ハロゲン原子または4-イソプロピルベンジルオキシ基を、(R³)_nはフェニル基が同一又は異っていてもよい0~4個のR³基で置換されていることを、R⁴は水酸基で置換されていてもよいアルキル基、式-Y₁-Y₂-R⁵で表わされる基、式-Y₃-R⁶で表わされる基または式-Y₄-R⁷で表わされる基を夫々意味する。]

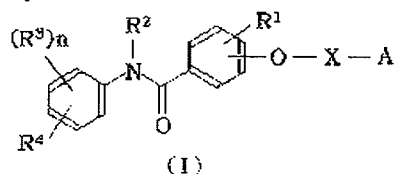
【効果】 医薬、特にテストステロン 5α-リダクターゼ阻害剤として前立腺肥大症等に有用である。

1

【特許請求の範囲】

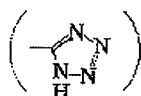
【請求項1】一般式

【化1】



【式中、Aはカルボキシル基、テトラゾリル基

【化2】



または式-CONH-B-R'で示される基(式中、Bは単結合又はアルキレン基を、R'は水酸基、カルボキシル基又はシアノ基を夫々意味する。)を、Xは直鎖または分岐の低級アルキレン基を、R'は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を、R'は同一又は異って低級アルキル基または水素原子を、R'は低級アルキル基、ハロゲン原子または4-イソプロピルベンジルオキシ基を、(R')_nはフェニル基が同一又は異っていてもよい0~4個のR'基で置換されていることを、R'は水酸基で置換されているともよいアルキル基、式-Y、-Y₂、-R⁰で表わされる基(式中、Y₁は-O-又は

【化3】



を、Y₂は単結合か、あるいは直鎖又は分岐のアルキレン基を、R⁰は分岐のアルキル基、アルケニル基又は低級アルキル基で置換されているともよいフェニル基を夫々意味する。但し、Y₁が直鎖のアルキレン基で、R⁰が未置換のフェニル基である組み合わせを除く。)、式-Y₁-R'で表わされる基(式中、Y₂は式-(CH₂)_mNR⁰、式-NR⁰(CH₂)₁、式-NR⁰CO-、または式-CONR⁰-で示される基を(式中mは1又は2を、1は0又は1を、R⁰は水素原子、アルキル基または4-イソプロピルベンジル基を夫々意味する。)、R'は低級アルキル基で置換されているともよいフェニル基、ジフェニルメチル基またはビス(4-プロピルフェニル)メチル基を夫々意味する。)、または式-Y₂-R'で表わされる基(式中、Y₂はビニレン基またはエチレン基を、R'は低級アルキル基で置換されているともよいフェニル基を夫々意味する。)を夫々意味する。)で示されるベンズアニリド誘導体又はその塩。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、医薬、特にテストステ

(2)

特開平5-163223

2

ロン 5 α -リダクターゼ阻害剤として有用なベンズアニリド誘導体に関する。

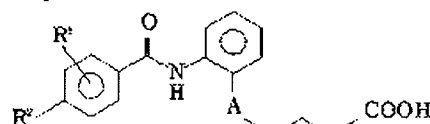
【0002】

【従来の技術】精巣および副腎より分泌されるテストステロン(TS)は、アンドロジェン標的細胞に取り込まれたのち、細胞内に存在する5 α -リダクターゼの作用を受けてジヒドロテストステロン(DHT)に変更される。このようにして生成されたDHTは、前立腺肥大および前立腺癌の発生に密接な関係があると考えられている。さらに、男性型脱毛症、▲さ▼瘡や脂漏等の発生、亢進もDHTおよびTSの過剰が原因の1つであると考えられている。

【0003】この様な事情から、TSがよりアンドロジェン活性の高いDHTに還元されるのを阻止する阻害物質の開発が行われてきたが、前記目的に合致する非ステロイドタイプの物質としては、下式【化4】で示されるベンゾイルアミノフェノキシブタン酸誘導体が知られている(特開平1-139558号)。

【0004】

【化4】



【0005】(なお、式中のR²、R³およびA基の定義については上記公報参照)。

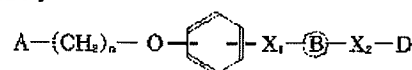
【0006】

【発明が解決しようとする課題】今回、本発明者等は、上記誘導体とは構造を異にする、下記一般式(I)で示されるベンズアニリド誘導体に強いテストステロン 5 α -リダクターゼ阻害作用があることを認め、本発明を完成した。

【0007】なお、特開昭62-502685号には、一般式

【0008】

【化5】



【0009】(なお、一般式中の記号の意味については上記公報参照)で示される化合物が記載されており、この一般式の化合物は、本発明と同様なベンズアニリド誘導体を包含している。しかし、同公報にはこれらの化合物のSR S-A結抗作用が記載されているだけで、テストステロン 5 α -リダクターゼ阻害作用については報告がない。

【0010】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、つぎの一般式(I)で表わされるベンズアニリド誘導体ま

(3)

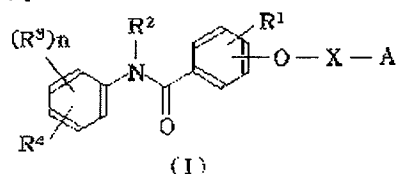
特開平5-163223

4

たはその塩である。

【0011】

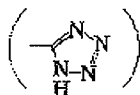
【化6】



【0012】【式中、Aはカルボキシ基、テトラゾリル基

【0013】

【化7】



【0014】または式-CONH-B-R'で示される基(式中、Bは単結合又はアルキレン基を、R'は水酸基、カルボキシ基又はシアノ基を夫々意味する。)

を、Xは直鎖又は分岐の低級アルキレン基を、R¹は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を、R²は同一又は異なって低級アルキル基または水素原子を、R³は低級アルキル基、ハロゲン原子または4-イソブチルベンジルオキシ基を、(R³)_nはフェニル基が同一又は異なってもよい0~4個のR³基で置換されていることを、R⁴は水酸基で置換されていてもよいアルキル基、式-Y₁、-Y₂、-R⁰で表わされる基(式中、Y₁は-O-又は

【0015】

【化8】



【0016】を、Y₁は単結合か、あるいは直鎖又は分岐のアルキレン基を、R⁰は分岐のアルキル基、アルケニル基又は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基を夫々意味する。但し、Y₁が直鎖の低級アルキレン基で、R⁰が未置換のフェニル基である組み合わせを除く。)、式-Y₂-R'で表わされる基(式中、Y₂は式-(CH₂)_mNR⁰、式-NR⁰(CH₂)₁、式-NR⁰CO-、または式-CONR⁰で示される基を(式中mは1又は2を、1は0又は1を、R⁰は水素原子、アルキル基または4-イソブチルベンジル基を夫々意味する。)、R'は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基、ジフェニルメチル基またはビス(4-プロピルフェニル)メチル基を夫々意味する。)または式-Y₁-R'で表わされる基(式中、Y₁はビニレン基またはエチレン基を、R⁰は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基を夫々意味する。)を夫々意味する。]

【0017】すなわち、本発明は上記一般式(I)で示されるベンズアニリド誘導体又はその塩を発明の構成とし、その提供を目的とする。以下に本発明化合物につき更に詳細に説明する。本明細書の一般式の定義において、特に断わらない限り、「低級」なる用語は炭素数が1乃至6個の直鎖または分岐状の炭素鎖を意味する。

【0018】したがって、「低級アルキル基」としては、具体的には例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ペンチル(アミル)基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-ペンチル基、1-メチルブチル基、2-メチルブチル基、1,2-ジメチルプロピル基、ヘキシル基、イソヘキシル基、1-メチルペンチル基、2-メチルペンチル基、3-メチルペンチル基、1,1-ジメチルブチル基、1,2-ジメチルブチル基、2,2-ジメチルブチル基、1,3-ジメチルブチル基、2,3-ジメチルブチル基、3,3-ジメチルブチル基、1-エチルブチル基、2-エチルブチル基、1,1,2-トリメチルプロピル基、1,2,2-トリメチルプロピル基、1-エチル-1-メチルプロピル基、1-エチル-2-メチルプロピル基等が挙げられる。

【0019】また、「低級アルコキシ基」としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、イソプロポキシ基、ブトキシ基、イソブトキシ基、sec-ブトキシ基、tert-ブトキシ基、ペンチルオキシ(アミルオキシ)基、イソペンチルオキシ基、tert-ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、2-メチルブトキシ基、1,2-ジメチルプロポキシ基、1-エチルプロポキシ基、ヘキシルオキシ基等が挙げられる。

30

【0020】さらに「低級アルキレン基」としては、メチレン基、エチレン基、メチルメチレン基、トリメチレン基、1-メチルエチレン基、2-メチルメチレン基、テトラメチレン基、1-メチルトリメチレン基、2-メチルトリメチレン基、1-エチルエチレン基、2-エチルエチレン基、ペンタメチレン基、1-メチルテトラメチレン基、2-メチルテトラメチレン基、3-メチルテトラメチレン基、4-メチルテトラメチレン基、ヘキサメチレン基等が挙げられ、「アルキレン基」としては、上記「低級アルキレン基」の具体的に加えて、ヘプタメチレン基、1-メチルヘキサメチレン基、1,1-ジメチルヘキサメチレン基、2,2-ジメチルヘキサメチレン基、3,3-ジメチルヘキサメチレン基、4,4-ジメチルヘキサメチレン基、5,5-ジメチルヘキサメチレン基、1,1,4-トリメチルテトラメチレン基、1,1,2-トリメチルテトラメチレン基、1,1,2,2-テトラメチルトリメチレン基、1,1,3,3-テトラメチルトリメチレン基、1,1-ジメチル-2-エチルトリメチレン基、1,1-ジメチル-3-エチルトリメチレン

50

(4)

特開平5-163223

5

ン基、オクタメチレン基、1-メチルヘプタメチレン基、1、1-ジメチルヘキサメチレン基、ノナメチレン基、1-メチルオクタメチレン基、1、1-ジメチルヘプタメチレン基、デカメチレン基、1-メチルノナメチレン基、1、1-ジメチルオクタメチレン基、ウンデカメチレン基、1-メチルデカメチレン基、1、1-ジメチルノナメチレン基、ドデカメチレン基、1、1-ジメチルデカメチレン基等が挙げられる。

【0021】「水酸基で置換されていてもよいアルキル基」は、「アルキル基」及び「ヒドロキシ置換アルキル基」の相方を意味する。ここに、「アルキル基」は、炭素数が1〜10個の直鎖又は分岐状のものが好適であり、具体的には上記「低級アルキル基」の具体例に加えて、さらにヘプチル基、5-メチルヘキシル基、オクチル基、6-メチルヘプチル基、ノニル基、7-メチルオクチル基、デシル基、8-メチルノニル基等が挙げられる。

【0022】「ヒドロキシ置換アルキル基」は、前記「低級アルキル基」または「アルキル基」の任意の水素原子が水酸基で置換された基を意味し、具体的には例えばヒドロキシメチル基、2-ヒドロキシエチル基、3-ヒドロキシプロピル基、2-ヒドロキシプロピル基、2-ヒドロキシ-1-メチルエチル基、4-ヒドロキシブチル基、3-ヒドロキシブチル基、2-ヒドロキシブチル基、3-ヒドロキシ-2-メチルプロピル基、5-ヒドロキシペンチル基、6-ヒドロキシヘキシル基、7-ヒドロキシヘプチル基、8-ヒドロキシオクチル基、9-ヒドロキシノニル基、10-ヒドロキシデシル基等が挙げられる。

【0023】また、「アルケニル基」とは炭素数が2乃至12個の直鎖又は分岐状のアルケニル基を意味し、具体的にはビニル基、アリル基、1-プロペニル基、イソプロペニル基、1-ブテニル基、2-ブテニル基、3-ブテニル基、2-メチル-1-プロペニル基、2-メチルアリル基、1-メチル-1-プロペニル基、1-メチルアリル基、1、1-ジメチルビニル基、1-ペンテニル基、2-ペンテニル基、3-ペンテニル基、4-ペンテニル基、3-メチル-1-ブテニル基、3-メチル-2-ブテニル基、3-メチル-3-ブテニル基、2-メチル-1-ブテニル基、2-メチル-2-ブテニル基、2-メチル-3-ブテニル基、1-メチル-1-ブテニル基、1-メチル-2-ブテニル基、1-メチル-3-

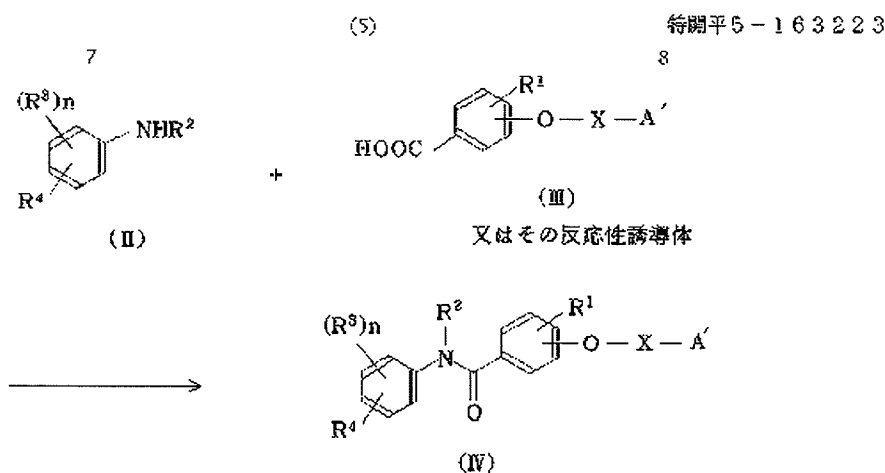
6

ブテニル基、1、1-ジメチルアリル基、1、2-ジメチル-1-プロペニル基、1、2-ジメチル-2-プロペニル基、1-エチル-1-プロペニル基、1-エチル-2-プロペニル基、1-ヘキセニル基、2-ヘキセニル基、3-ヘキセニル基、4-ヘキセニル基、5-ヘキセニル基、1、1-ジメチル-1-ブテニル基、1、1-ジメチル-2-ブテニル基、1、1-ジメチル-3-ブテニル基、1-メチル-1-ペンテニル基、1-メチル-2-ペンテニル基、1-メチル-3-ペンテニル基、1-メチル-4-ペンテニル基、4-メチル-1-ペンテニル基、4-メチル-2-ペンテニル基、4-メチル-3-ペンテニル基、1-ヘプテニル基、2-ヘプテニル基、3-ヘプテニル基、1-メチル-1-ヘプテニル基、1、2-ジメチル-1-ヘプテニル基、1、2-ジエチル-1-ブテニル基、1、3-ジエチル-2-ブテニル基、3、4-ジエチル-1-ブテニル基、2-プロピル-3-メチル-1-ブテニル基、2、3ジエチル-2-ブテニル基、2-ジエチル-3-プロピル-2-ブテニル基、1-エチル-1-ペンテニル基、2-エチル-1-ペンテニル基、2-エチル-2-ペンテニル基等が挙げられる。また、「ハロゲン原子」としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等が挙げられる。本発明化合物(1)は、酸付加塩を形成する場合がある。また、置換基の種類によっては塩基との塩を形成する場合もある。かかる塩としては、具体的には、塩酸、臭化水素酸、ヨウ化水素酸、硫酸、硝酸、リン酸等の鉱酸、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、フマル酸、マレイン酸、乳酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸等の有機酸、アスパラギン酸、グルタミン酸などの酸性アミノ酸との酸付加塩、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、アルミニウムなど無機塩基、メチルアミン、エチルアミン、エタノールアミンなどの有機塩基、リジン、オルニチンなどの塩基性アミノ酸との塩やアンモニウム塩等が挙げられる。

【0024】(製造法)本発明化合物は、その基本骨格あるいは置換基の種類に基づく特徴を利用し、種々の合成法を適用して製造することができる。以下にその代表的な製法を示す。

【0025】第1製法

【化9】



【0026】〔式中、 $R^1 \sim R^4$ 、 X は前記と同じ意味を有し、 A' はアルコキシカルボニル基または式 $-CO-NH-B-COOR^{10}$ で示される基（式中、 B は前記と同じ意味を有し、 R^{10} は低級アルキル基を意味する。）を夫々意味する。〕

本発明化合物中、一般式(IV)で示される化合物は、一般式(II)で示される置換アニリンと、一般式(III)で示されるカルボン酸又はその反応性誘導体とを反応させることにより製造される。

【0027】化合物(III)の反応性誘導体としては酸クロライド、酸ブROMAIDの如き酸ハライド；酸アジド； N -ヒドロキシベンゾトリアゾールや N -ヒドロキシスクシンイミドとの活性エステル；対称型酸無水物；アルキル炭酸との混合酸無水物、 p -トルエンスルホン酸混合酸無水物等の混合酸無水物；等が挙げられる。

【0028】反応は化合物(II)と化合物(III)又はその反応性誘導体とをほぼ等モルあるいは一方を過剰量とし*

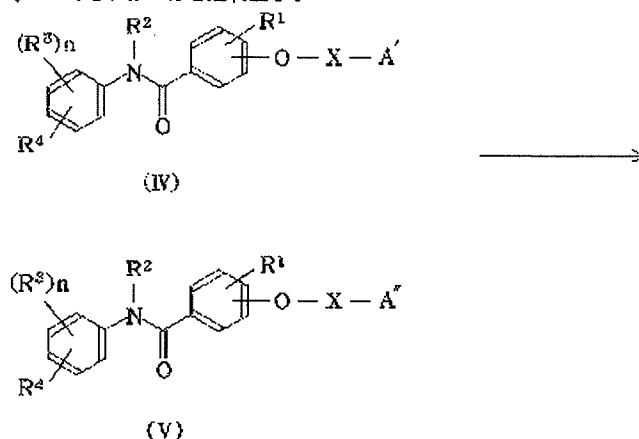
*で用い、反応に不活性な有機溶媒、例えば、ピリジン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エーテル、ベンゼン、トルエン、キシレン、メチレンクロライド、ジクロロエタン、クロロホルム、 N 、 N -ジメチルホルムアミド、酢酸エチル、アセトニトリル等の溶媒中で行なわれる。

【0029】反応性誘導体の種類によっては反応に際し、トリエチルアミン、ピリジン、ピコリン、ルチジン、 N 、 N -ジメチルアニリンや炭酸カリウム、水酸化ナトリウム等の塩基を添加するのが反応を円滑に進行させる上で有利な場合がある。ピリジンは溶媒を兼ねることもできる。反応温度は、反応性誘導体の種類によって異なり、特に限定されない。

第2製法

【0030】

【化10】



又はその塩

【0031】〔式中、 $R^1 \sim R^4$ 、 X 及び A' は前記と同じ意味を有し、 A'' はカルボキシル基または式 $-CO-NH-B-COOH$ で示される基（式中、 B は前記と同じ意味を有する。）を意味する。〕

(6)

特開平5-163223

9

10

本発明化合物中、カルボキシル基を有する化合物(V)は、一般式(IV)で示される対応するエステルよりエステル残基を除去することによって製造することができる。

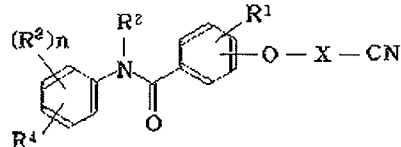
【0032】この反応においては、炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム等の塩基の存在下加水分解するか、ある*

*いは、トリフルオロ酢酸、塩酸等の酸で処理する常法が適用できる。

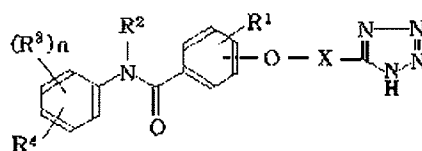
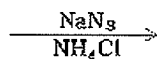
第3製法

【0033】

【化11】



(XI)



(XII)

【0034】【式中、R¹ ~ R⁴、およびXは前記と同じ意味を有する。】

本発明化合物中、1H-1, 2, 3, 4-テトラゾール-5-イル基を有する化合物(XII)は、一般式(XI)で示されるニトリル化合物とアジ化ナトリウムとを塩化アンモニウム存在下に作用させて合成できる。反応はN, N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の溶媒中、加温することにより行なわれる。

【0035】その他の製法

(a) 本発明化合物(I)中、シアノカルボミル誘導体は、対応するカルボン酸又はその反応性誘導体とシアナミドとを反応させて製造できる。反応性誘導体の種類や反応条件は第1製法と同様である。

(b) 本発明化合物(I)中、ヒドロキサム酸誘導体は、対応するカルボン酸又はその反応性誘導体と、ヒドロキシルアミン又は水酸基を保護したヒドロキシルアミンとを反応させて、必要ならば保護基を除去して製造することができる。反応性誘導体の種類や反応条件は第1製法と同様である。

(c) 本発明化合物(I)中、アルケニレン基を有する化合物を還元して、アルキレン基を有する化合物を得る反応は、メタノール、エタノール、ジオキサン、酢酸エチル等の溶媒中、パラジウム炭素、酸化白金、ラネーニッケル等の触媒存在下に水素を導入することにより行われる。本反応における温度及び圧力条件は、用いる触媒により異なる。

【0036】

【発明の効果】本発明の化合物は、テストステロン 5 α-リダクターゼ阻害活性を有するため、前立腺肥大症及びその他の男性ホルモンの作用に起因する種々の疾患(前立腺ガン、脂漏、▲さ▼瘡等)の治療に有用である。また、本発明化合物は、非ステロイド骨格を有するので、ステロイドホルモン誘導体から成る抗男性ホルモ

ン剤にみられる様な副作用を有しない。一般式(I)で示された化合物又はその塩の1種又は2種以上を有効成分として含有する製薬組成物は、通常製剤化に用いられる担体や賦形剤、その他の添加剤を用いて調製される。製剤用の担体や賦形剤としては、固体又は液体状の非毒性医薬用物質が挙げられる。これらの例としては、たとえば乳糖、ステアリン酸マグネシウム、スターチ、タルク、ゼラチン、寒天、ペンチン、アラビアゴム、オリブ油、ゴマ油、カカオバター、エチレングリコール等やその他常用のものが例示される。投与は錠剤、丸剤、カプセル剤、顆粒剤、液剤等による経口投与、あるいは静注、筋注等の注射剤、坐剤、経皮等による非経口投与のいずれの形態であつてもよい。投与量は症状、投与対象の年齢、性別等を考慮して個々の場合に応じて適宜決定される。

【0037】

【実施例】つぎに、実施例により本発明の化合物およびその製造法を具体的に説明する。なお、参考例として、実施例で使用する原料化合物の製造例を説明する。

【0038】参考例 1

アルゴン気流下、2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール(482mg, 2.89mmol)と1-(p-イソブチルフェニル)エチルプロマイド380mg(1.58mmol)のN, N-ジメチルホルムアミド溶液中に炭酸カリウム320mgを加え50℃に加温、4時間攪拌した。エーテルを加え、水を加え分液した。有機層をさらに飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後減圧濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチルの16：1の濃液で溶出し、516mgの4-[1-(p-イソブチルフェニル)エトキシ]-2, 3-ジメチルニトロベンゼンの薄黄色の油状物を得た。

【0039】理化学的性状

(7)

特開平5-163223

11

12

質量分析値 (m/z): 326 ($M-1$)⁺
核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 0.89 (6H, d), 1.67 (3H, d),
1.84 (1H, m), 2.32 (3H, s), 2.44
(3H, s), 2.44 (2H, d), 5.37 (1H, q),
6.61 (1H, d), 7.12 (2H, d),
7.24 (2H, d), 7.62 (1H, d)

【0040】参考例 2

参考例1と同様にしてp-(3-メチル-3-フェニル
ブトキシ)ニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 3-メチル-3-フェニルブチルプロマイ
ド、p-ニトロフェノール

【0041】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 285 (M^+)
核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 1.40 (6H, s), 2.17 (2H, t),
3.84 (2H, t), 6.73 (2H, d), 7.1
6~7.39 (5H, m), 8.08 (2H, d)

【0042】参考例 3

参考例1と同様にして4-(3-メチル)ブトキシ-2
-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 3-メチルブチルプロマイド、3-メチル
-4-ニトロフェノール

【0043】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 0.97 (6H, d), 1.53~1.93 (3
H, m), 2.63 (3H, s), 6.72~6.85
(2H, m), 8.08 (1H, d)

【0044】参考例 4

参考例1と同様にして4-イソブトキシ-2-メチルニ
トロベンゼンを得た。

原料化合物: イソブチルプロマイド、3-メチル-4-
ニトロフェノール

【0045】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 1.03 (6H, d), 1.91~2.28 (1
H, m), 2.62 (3H, s), 3.78 (2H,
d), 6.71~6.85 (2H, m), 8.08 (1
H, d)

【0046】参考例 5

参考例1と同様にしてp-(3-メチル)ブトキシニ
トロベンゼンを得た。

原料化合物: 3-メチルブチルプロマイド、p-ニ
トロフェノール

【0047】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 0.98 (6H, d), 1.62~1.93 (3
H, m), 4.08 (2H, t), 6.83 (2H,
d), 8.19 (2H, d)

【0048】参考例 6

参考例1と同様にしてエチル 4-[(o-ベンジルオ
キシカルボニル)フェノキシ]-2, 2-ジメチルブチ
レートを得た。

原料化合物: ベンジル 2-ヒドロキシベンゾエー
ト

【0049】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 371 ($M+1$)⁺核磁気共鳴
スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 1.1~1.4 (9H, m), 2.04 (2H,
t), 3.9~4.2 (4H, m), 5.52 (2H,
s), 6.8~7.1 (2H, m), 7.2~7.6
(6H, m), 7.78 (1H, dd)

【0050】参考例 7

アルゴン気流下、4-[1-(p-イソブチルフェニ
ル)エトキシ]-2, 3-ジメチルニトロベンゼン 1.
20gのエタノール (10ml) 中に酸化白金100mg
を加え、水素置換し、1日攪拌した。白金を濾過し、
濾液を減圧留去し油状の4-[1-(p-イソブチルフ
ェニル)エトキシ]-2, 3-ジメチルアニリンを1.
09gを得た。

【0051】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 298 ($M+1$)⁺
核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 0.86 (6H, d), 1.55 (3H, d),
1.68~1.96 (1H, m), 2.06 (3H,
s), 2.19 (3H, s), 2.42 (2H, d),
3.34 (2H, br), 5.06 (1H, q), 6.
37 (1H, d), 6.48 (1H, d), 7.06
(2H, d), 7.26 (2H, d)

【0052】参考例 8

アルゴン気流下、p-(3-メチル-3-フェニル)ブ
トキシニトロベンゼン320mgのエタノール50ml
中に10%パラジウム炭素50mgを加え、水素置換
し、水素の吸収が止むまで攪拌した。触媒を濾過し、濾
液を減圧留去しp-(3-メチル-3-フェニル)ブ
トキシアニリン280mgを得た。

【0053】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 1.39 (6H, s), 2.11 (2H, t),
3.32 (2H, br), 3.71 (2H, t), 6.
59 (2H, s), 7.21~7.37 (5H, m)

【0054】参考例 9

参考例8と同様にしてp-(3-メチル)ブトキシ
アニリンを得た。

原料化合物: p-(3-メチル)ブトキシニトロベン
ゼン

【0055】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)
 δ : 0.95 (6H, d), 1.51~1.91 (3
H, m), 2.81~3.31 (2H, br), 3.9
1 (2H, t), 6.70 (4H, d)

(8)

特開平5-163223

13

【0056】参考例 10

参考例8と同様にして4-イソブトキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物：4-イソブトキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0057】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.99 (6H, d), 1.82~2.15 (1H, m), 2.16 (3H, s), 3.15 (2H, br), 3.64 (2H, d), 6.61~6.66 (3H, m)

【0058】参考例 11

参考例8と同様にして4-(3-メチル)ブトキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物：4-(3-メチル)ブトキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0059】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.96 (6H, d), 1.52~1.99 (3H, m), 2.16 (3H, s), 3.32 (2H, br), 3.91 (2H, t), 6.61~6.66 (3H, m)

【0060】参考例 12

参考例8と同様にしてp-(4-ヒドロキシ)ブチルアニリンを得た。

原料化合物：p-(4-ヒドロキシ)ブチルニトロベンゼン

【0061】理化学的性状

質量分析値 (M/z): 165 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.51~1.67 (4H, m), 2.44~2.59 (2H, m), 3.62 (2H, t), 6.60 (2H, d), 6.96 (2H, d)

【0062】参考例 13

p-(p-イソブチルベンジルオキシ)アニリン200mgのメチレンクロライド5ml溶液に、氷冷下、無水トリフルオロ酢酸2mlを滴下し、室温まで温め、20分間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、残渣をアセトン8mlに溶解した。この溶液にヨウ化メチル400mgと炭酸カリウム200mgを加え、2時間加熱還流した。反応液を減圧濃縮し、残渣をメタノール3mlと5規定水酸化ナトリウム水溶液の混液に溶解し、50℃に昇温して、12時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水、飽和食塩水で順次洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル(8:1)の混液で溶出し、p-(p-イソブチルベンジルオキシ)-N-メチルアニリン130mgを得た。

【0063】理化学的性状

14

質量分析値 (m/z): 269 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.90 (6H, d), 1.85 (1H, m), 2.46 (2H, d), 2.78 (3H, s), 2.92 (1H, m), 4.82 (2H, s), 6.54 (2H, m), 6.85 (2H, m), 6.9~7.4 (4H, m)

【0064】参考例 14

ベンジル o-ヒドロキシベンゾエート17.5gのN,N-ジメチルホルムアミド30mlの溶液をアルゴン気流下60%水素化ナトリウム3.0gとN,N-ジメチルホルムアミド150mlの懸濁液に室温下、滴下し、15分間攪拌した。エチル 4-プロモブチレート11.9mlを加え、反応液を30℃に保ち2日間攪拌した。反応液を氷水にそそぎエーテルで抽出し、抽出液を水及び飽和食塩水で洗浄した。無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル(7:1)の混液で溶出し、エチル 4-(o-ベンジルオキシカルボニル)フェノキシブチレート15.0gを得た。

【0065】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 342 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.24 (3H, t), 2.08 (2H, t, t), 2.48 (2H, t), 4.08 (2H, t), 4.14 (2H, q), 5.36 (2H, s), 6.95~7.02 (2H, m), 7.34~7.49 (7H, m), 7.85 (1H, dd)

【0066】参考例 15

エチル 4-(o-ベンジルオキシカルボニル)フェノキシブチレート4.5gのエタノール溶液に10%パラジウム炭素50mgをアルゴン気流下加え、水素置換し、水素の吸収が止むまで攪拌した。触媒を濾過して除き、濾液を減圧濃縮し、得られた粗結晶をエタノール-水より再結晶し、o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)安息香酸2.8gを得た。

【0067】理化学的性状

融点 88~90℃

元素分析値 (C₂₂H₂₆O₅ として)

	C (%)	H (%)
理論値	61.90	6.39
実測値	61.81	6.40

質量分析値 (m/z): 252 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.26 (3H, t), 2.09~2.38 (2H, m), 2.47~2.64 (2H, m), 4.16 (2H, q), 4.32 (2H, t), 7.02~7.21 (2H, m), 7.46~7.66 (1H, m), 8.10~8.22 (1H, m)

15

【0068】参考例 16

参考例14と同様にしてo-(3-エトキシカルボニル-3-メチルブトキシ)安息香酸を得た。

原料化合物:エチル 4-(o-ベンジルオキシカルボニル)-2,2-ジメチルブチレート

【0069】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 281 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.1~1.5 (9H, m), 2.18 (2H, t), 4.0~4.4 (4H, m), 7.0~7.7 (3H, m), 8.20 (1H, dd)

【0070】参考例 17

5-メチルサリチル酸120mgのメチレンクロライド3ml溶液に、N,N-ジメチルホルムアミド0.1mlとオキサリルクロライド360mgを加え、室温下1時間攪拌した。

反応液を減圧濃縮し、得られた結晶状の残渣をメチレンクロライド2mlに溶解した。これを、4-(p-イソブチルベンジルオキシ)アニリン200mg、ピリジン1ml、メチレンクロライド1mlの溶液に氷冷下加え、室温にまで昇温し、40分間攪拌した。

反応液を減圧濃縮し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を1規定塩酸と飽和食塩水で順次洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(7:1)の混液で溶出し、2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)-5-メチルベンズアニリド110mgを得た。

【0071】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 390 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.87 (1H, m), 2.34 (3H, s), 2.48 (2H, d), 5.05 (2H, s), 6.94 (1H, d), 7.02 (2H, d), 7.28 (2H, d), 7.2~7.3 (2H, m), 7.36 (2H, d), 7.48 (2H, d), 7.83 (1H, s), 11.8 (1H, s)

【0072】参考例 18

参考例17と同様にして5-クロロ-2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物:5-クロロサリチル酸

【0073】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 410 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.87 (1H, m), 2.49 (2H, d), 5.05 (2H, s), 6.9~7.1 (3H, m), 7.14 (2H, d), 7.3~7.5 (6H, m), 7.78 (1H, s), 12.0 (1H, s)

【0074】参考例 19

(9)

特開平5-163223

16

p-(p-イソブチルベンジルオキシ)アニリン200mg、トリエチルアミン100mg、5-メトキシサリチル酸160mg、1-ヒドロキシベンゾトリアゾール160mgのジメチルホルムアミド9ml溶液に1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カルボジイミド塩酸塩180mgを室温下加え50℃にまで昇温して13時間攪拌した。水を加えて反応を止め、反応液を酢酸エチルで希釈し、1規定塩酸、水、飽和食塩水で順次洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(5:1)の混液で溶出し、2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)-5-メトキシベンズアニリド200mgを得た。

【0075】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 406 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.86 (1H, m), 2.46 (2H, d), 3.7~3.9 (4H, m), 5.0 (2H, s), 6.8~7.5 (11H, m), 7.80 (1H, s)

【0076】参考例 20

参考例19と同様にして5-フルオロ-2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物:5-フルオロサリチル酸

【0077】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 394 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.92 (6H, d), 0.97 (1H, m), 2.49 (2H, d), 5.05 (2H, s), 6.9~7.1 (3H, m), 7.1~7.3 (4H, m), 7.35 (2H, d), 7.76 (1H, s), 11.73 (1H, s)

【0078】参考例 21

参考例19と同様にして3-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物:m-ヒドロキシ安息香酸

【0079】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 376 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.87 (1H, m), 2.48 (2H, d), 5.02 (2H, s), 6.96 (2H, d), 7.01 (1H, dd), 7.15 (2H, d), 7.27 (1H, t), 7.34 (3H, m), 7.40 (1H, d), 7.61 (2H, d), 8.77 (1H, s), 9.03 (1H, s)

【0080】参考例 22

参考例19と同様にして4-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

(10)

特開平5-163223

17

原料化合物: p-ヒドロキシ安息香酸

【0081】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 376 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.87 (1H, m),
2.49 (2H, d), 5.04 (2H, s), 6.9
~7.0 (4H, m), 7.18 (2H, d), 7.3
~7.4 (2H, dd), 7.70 (2H, d), 8.
05 (2H, dd), 9.70 (1H, s), 9.8~
10.0 (1H, m)

【0082】参考例 23

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブチレートを得た。

原料化合物: o-(3-エトキシカルボニル-3-メチルプロキシ)安息香酸

【0083】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 517 (M')核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準) 20

δ : 0.91 (6H, d), 1.18 (3H, t),
1.32 (6H, s), 1.87 (1H, m), 2.2
2 (2H, t), 2.48 (2H, d), 4.09 (2
H, q), 4.27 (2H, t), 5.05 (2H,
s), 7.02 (3H, dd), 7.1~7.2 (3
H, m), 7.36 (2H, d), 7.47 (1H,
t), 7.64 (2H, d), 8.29 (1H, d
d), 9.74 (1H, s)

【0084】参考例 24

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: o-(3-エトキシカルボニルプロボキシ)安息香酸

【0085】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 504 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.1~1.3 (3H,
m), 1.7~2.3 (3H, m), 2.4~2.6
(4H, m), 3.17, 3.44 (合わせて3H, 各
s), 3.7~4.4 (4H, m), 4.92, 5.0
5 (合わせて2H, 各s), 6.6~7.7, 8.1~
8.2 (合わせて12H, 各m)

【0086】参考例 25

2-(3-エトキシカルボニルプロボキシ)安息香酸

1.12gのメチレンクロライド(12ml)溶液にアルゴン気流下N,N-ジメチルホルムアミド1滴を加え、さらにオキサリクロライド1mlを滴下した。反応液を室温に戻し、2.5時間攪拌し、減圧濃縮し、o-(3-エトキシカルボニルプロボキシ)ベンゾイルク

18

ロライド1.10gを得た。このものをメチレンクロライド2mlに溶解し、4-[1-(p-イソブチルフェニル)エトキシ]-2,3-ジメチルアニリン1.09g、ピリジン0.5ml、メチレンクロライド10mlの溶液に室温下加え2時間攪拌した。反応液を氷-1規定塩酸に注ぎ、エーテルで抽出し、抽出液を水及び飽和食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧留去した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(14:1~7:1)の混液で溶出して、エチル 4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート1.75gを得た。

【0087】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 532 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.21 (3H, t),
1.62 (3H, d), 1.76~1.89 (1H,
m), 2.15~2.25 (2H, m), 2.23 (3
H, s), 2.33 (3H, s), 2.44~2.52
(4H, m), 4.11 (2H, q), 4.27 (2
H, t), 5.27 (1H, q), 6.65 (1H,
d), 7.03 (1H, d), 7.10~7.32 (5
H, m), 7.35 (1H, m), 7.43~7.51
(1H, m), 8.27 (1H, dd), 9.28 (1
H, s)

【0088】参考例 26

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-フェノキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-フェノキシアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロボキシ)ベンゾイルクロライド

【0089】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 419 (M')核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.24 (3H, t), 2.24~2.35 (2
H, m), 2.51~2.61 (2H, m), 4.13
(2H, q), 4.28 (2H, t), 7.00~7.
05 (5H, m), 7.09~7.17 (2H, m),
7.31~7.37 (2H, m), 7.45~7.52
(1H, m), 7.64~7.70 (2H, m), 8.
30 (1H, dd), 9.84 (1H, s)

【0090】参考例 27

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-ベンゾイルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-ベンゾイルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロボキシ)ベンゾイルクロライド

【0091】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 432 ($M+1$)⁺

(10)

特開平5-163223

17

原料化合物: p-ヒドロキシ安息香酸

【0081】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 376 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.87 (1H, m),
2.49 (2H, d), 5.04 (2H, s), 6.9
~7.0 (4H, m), 7.18 (2H, d), 7.3
~7.4 (2H, dd), 7.70 (2H, d), 8.
05 (2H, dd), 9.70 (1H, s), 9.8~
10.0 (1H, m)

【0082】参考例 23

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブチレートを得た。

原料化合物: o-(3-エトキシカルボニル-3-メチルブトキシ)安息香酸

【0083】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 517 (M)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.18 (3H, t),
1.32 (6H, s), 1.87 (1H, m), 2.2
2 (2H, t), 2.48 (2H, d), 4.09 (2
H, q), 4.27 (2H, t), 5.05 (2H,
s), 7.02 (3H, dd), 7.1~7.2 (3
H, m), 7.36 (2H, d), 7.47 (1H,
t), 7.64 (2H, d), 8.29 (1H, d
d), 9.74 (1H, s)

【0084】参考例 24

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)安息香酸

【0085】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 504 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.1~1.3 (3H,
m), 1.7~2.3 (3H, m), 2.4~2.6
(4H, m), 3.17, 3.44 (合わせて3H, 各
s), 3.7~4.4 (4H, m), 4.92, 5.0
5 (合わせて2H, 各s), 6.6~7.7, 8.1~
8.2 (合わせて12H, 各m)

【0086】参考例 25

2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)安息香酸

1.12gのメチレンクロライド(12ml)溶液にアルゴン気流下N,N-ジメチルホルムアミド1滴を加え、さらにオキサリルクロライド1mlを滴下した。反応液を室温に戻し、2.5時間攪拌し、減圧濃縮し、o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルク

18

ロライド1.10gを得た。このものをメチレンクロライド2mlに溶解し、4-[1-(p-イソブチルフェニル)エトキシ]-2,3-ジメチルアニリン1.09g、ヒリジン0.5ml、メチレンクロライド10mlの溶液に室温下加え2時間攪拌した。反応液を氷-1規定塩酸に注ぎ、エーテルで抽出し、抽出液を水及び飽和食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧留去した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(14:1~7:1)の浸液で溶出して、エチル 4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート1.75gを得た。

【0087】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 532 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.21 (3H, t),
1.62 (3H, d), 1.76~1.89 (1H,
m), 2.15~2.25 (2H, m), 2.23 (3
H, s), 2.33 (3H, s), 2.44~2.52
(4H, m), 4.11 (2H, q), 4.27 (2
H, t), 5.27 (1H, q), 6.65 (1H,
d), 7.03 (1H, d), 7.10~7.32 (5
H, m), 7.35 (1H, m), 7.43~7.51
(1H, m), 8.27 (1H, dd), 9.28 (1
H, s)

【0088】参考例 26

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-フェノキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-フェノキシアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0089】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 419 (M)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.24 (3H, t), 2.24~2.35 (2
H, m), 2.51~2.61 (2H, m), 4.13
(2H, q), 4.28 (2H, t), 7.00~7.
05 (5H, m), 7.09~7.17 (2H, m),
7.31~7.37 (2H, m), 7.45~7.52
(1H, m), 7.64~7.70 (2H, m), 8.
30 (1H, dd), 9.84 (1H, s)

【0090】参考例 27

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-ベンゾイルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-ベンゾイルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0091】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 432 ($M+1$)⁺

(11)

特開平5-163223

19

20

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 1.24 (3H, t), 2.34 (2H, quint), 2.60 (2H, t), 4.17 (2H, q), 4.32 (2H, t), 7.06 (1H, d), 7.17 (1H, d), 7.43~7.63 (4H, m), 7.74 (1H, d), 7.80~7.91 (5H, m), 8.30 (1H, dd), 10.1 (1H, s)

【0092】参考例 28

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-ヘプチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-ヘプチルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0093】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 425 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (3H, t), 1.22 (3H, t), 1.19~1.31 (8H, m), 1.51~1.66 (2H, m), 2.19~2.41 (2H, m), 2.49~2.65 (4H, m), 4.12 (2H, q), 4.24 (2H, t), 6.93~7.15 (2H, m), 7.12 (2H, d), 7.34~7.45 (1H, m), 7.54 (2H, d), 8.24 (1H, d), 9.74 (1H, brs)

【0094】参考例 29

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-(3-メチル-3-フェニルプロキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-(3-メチル-3-フェニルプロキシ)アニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0095】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 489 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.23 (3H, t), 1.42 (6H, s), 2.16 (2H, t), 2.28 (2H, quint), 2.56 (2H, t), 3.78 (2H, t), 4.14 (2H, q), 4.26 (2H, t), 6.77 (2H, d), 7.01 (1H, d), 7.13 (1H, t), 7.18~7.50 (6H, m), 7.54 (2H, d), 8.27 (1H, dd), 9.71 (1H, s)

【0096】参考例 30

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-(4-ヒドロキシブチル)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-(4-ヒドロキシブチル)アニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0097】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 400 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃+D₂O, TMS内部標準)

δ: 1.25 (3H, t), 1.56~1.75 (4H, m), 2.31 (2H, quint), 2.59 (2H, t), 2.64 (2H, t), 3.64 (2H, t), 4.16 (2H, q), 4.28 (2H, t), 7.03 (1H, d), 7.15 (1H, t), 7.19 (2H, d), 7.45~7.51 (1H, m), 7.61 (2H, m), 8.30 (1H, d), 9.82 (1H, s)

【0098】参考例 31

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-[4-(3-メチルプロキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(3-メチルプロキシ)-2-メチルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0099】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 428 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.97 (6H, d), 1.23 (3H, t), 1.67 (2H, q), 1.76~1.91 (1H, m), 2.23 (2H, quint), 2.31 (3H, s), 2.51 (2H, t), 3.99 (2H, t), 4.13 (2H, q), 4.31 (2H, t), 6.78~6.82 (2H, m), 7.06 (1H, d), 7.15 (1H, t), 7.46~7.52 (1H, m), 7.80 (1H, d), 8.31 (1H, d), 9.35 (1H, s)

【0100】参考例 32

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(4-イソプロキシ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-イソプロキシ-2-メチルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0101】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 414 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.03 (6H, d), 1.23 (3H, t), 2.00~2.15 (1H, m), 2.23 (1H, quint), 2.31 (3H, s), 2.51 (2H, t), 3.73 (2H, d), 4.13 (2H, q), 4.31 (2H, t), 6.78~6.82 (2H, m), 7.06 (1H, d), 7.15 (1H, t), 7.46~7.53 (1H, m), 7.81 (1H, d), 8.31 (1H, dd), 9.36 (1H, s)

【0102】参考例 33

(12)

特開平5-163223

21

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-[p-(3-メチルブトキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-(3-メチルブトキシ)アニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0103】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.96 (6H, d), 1.24 (3H, t), 1.57~1.96 (3H, m), 2.20~2.32 (2H, m), 2.50~2.69 (2H, m), 3.99 (2H, t), 4.14 (2H, q), 4.26 (2H, t), 6.92 (2H, d), 7.04~7.21 (2H, m), 7.36~7.50 (1H, m), 7.59 (2H, d), 8.28 (1H, dd), 9.72 (1H, s)

【0104】参考例 34

2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)-5-メチルベンズアニリド100mgの2-ブタノン10ml溶液に, エチル 4-ブプロモブチレート60mg, テトラブチルアンモニウムブロマイド10mg, 炭酸カリウム40mgを加え, 1.5時間加熱還流した。反応液を減圧濃縮し, 酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で順次洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し, ヘキサン:酢酸エチル(5:1)の混液で溶出し, エチル 4-[2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メチルフェノキシ]ブチレート110mgを得た。

【0105】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 504 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.24 (3H, t), 1.87 (1H, m), 2.27 (2H, t), 2.36 (3H, s), 2.49 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.14 (2H, q), 4.24 (2H, t), 5.04 (2H, s), 6.91 (1H, d), 6.98 (2H, d), 7.18 (2H, d), 7.26 (1H, d), 7.36 (2H, d), 7.62 (2H, d), 8.08 (1H, s), 9.78 (1H, s)

【0106】参考例 35

参考例34と同様にしてエチル o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセテートを得た。

原料化合物: 2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

【0107】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 462 (M+1)⁺

22

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.92 (6H, d), 1.33 (3H, t), 1.87 (1H, m), 2.49 (2H, d), 4.37 (2H, q), 4.79 (2H, s), 5.05 (2H, s), 6.90 (1H, d), 7.00 (2H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.37 (2H, d), 7.47 (1H, t), 7.85 (2H, d), 8.35 (1H, d), 10.3 (1H, s)

【0108】参考例 36

参考例34と同様にしてエチル 2-(3-シアノプロポキシ)-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物: 2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

【0109】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 443 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.87 (1H, m), 2.30 (2H, m), 2.49 (2H, d), 2.63 (2H, t), 4.36 (2H, t), 5.04 (2H, s), 7.04 (3H, t), 7.1~7.2 (3H, m), 7.37 (2H, d), 7.50 (1H, t), 7.57 (2H, d), 8.24 (1H, d), 9.35 (1H, s)

【0110】参考例 37

参考例34と同様にしてエチル m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセテートを得た。

原料化合物: 3-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

【0111】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 462 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.30 (3H, t), 1.87 (1H, m), 2.49 (2H, d), 4.29 (2H, q), 4.70 (2H, s), 5.05 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.11 (1H, d), 7.18 (2H, d), 7.3~7.5 (5H, m), 7.55 (2H, d), 7.73 (1H, s)

【0112】参考例 38

参考例34と同様にしてエチル 4-[m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

【0113】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 490 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.25 (3H, t), 1.86 (1H, m), 2.13 (2H, m), 2.4

(13)

特開平5-163223

23

~2.6 (4H, m), 4.08 (2H, t), 4.17 (2H, q), 5.04 (2H, s), 6.98 (2H, d), 7.06 (1H, d), 7.18 (2H, d), 7.3~7.5 (5H, m), 7.57 (2H, d), 7.84 (1H, s)

【0114】参考例 39

参考例34と同様にしてエチル 4-[4-クロロ-2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 5-クロロ-2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

【0115】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 524 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.24 (3H, t), 1.87 (1H, m), 2.29 (2H, m), 2.49 (2H, d), 2.57 (2H, t), 4.15 (2H, q), 4.25 (2H, t), 5.04 (2H, s), 6.98 (3H, m), 7.18 (2H, d), 7.3~7.5 (3H, m), 7.59 (2H, d), 8.25 (2H, d), 9.67 (1H, s)

【0116】参考例 40

参考例34と同様にしてエチル 4-[2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メトキシフェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 2-ヒドロキシ-5-メトキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

【0117】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 520 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.23 (3H, t), 1.87 (1H, m), 2.26 (2H, m), 2.49 (2H, d), 2.56 (2H, t), 3.84 (3H, s), 4.15 (2H, q), 4.22 (2H, t), 5.04 (2H, s), 6.9~7.1 (4H, m), 7.18 (2H, d), 7.36 (2H, d), 7.61 (2H, d), 7.84 (1H, d), 9.89 (1H, s)

【0118】参考例 41

参考例34と同様にしてエチル 4-[4-フルオロ-2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 5-フルオロ-2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

【0119】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 508 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.23 (3H, t),

24

1.87 (1H, m), 2.28 (2H, m), 2.49 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.15 (2H, q), 4.24 (2H, t), 5.04 (2H, s), 6.9~7.0 (3H, m), 7.1~7.2 (3H, m), 7.36 (2H, d), 7.59 (2H, d), 8.00 (1H, dd), 9.78 (1H, s)

【0120】参考例 42

アルゴン気流下、p-ニトロフェノールのN,N-ジメチルホルムアミド (5ml) 溶液を60%水素化ナトリウム0.46gのN,N-ジメチルホルムアミド (25ml) 懸濁液中に室温で滴下し、30分攪拌後、4-イソブチルベンジルプロマイド2.6gを加え、さらに2時間攪拌した。反応液を水に注ぎエーテルにて抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル (9:1) の混液で溶出し、p-(p-イソブチルベンジルオキシ)ニトロベンゼン2.68gを得た。

【0121】理化学的性状

融点 49℃~50℃

【0122】参考例 43

p-(p-イソブチルベンジルオキシ)ニトロベンゼン500mgをメタノール (15ml) と1規定塩酸 (5ml) の混液に溶解した。鉄粉400mgを室温に加え、30分間加熱攪拌した。不溶物を濾過して除き、濾液を1規定水酸化ナトリウム水溶液で中和し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムによって乾燥し、減圧濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル (3:1) の混液で溶出し、p-(p-イソブチルベンジルオキシ)アニリン450mgを得た。

【0123】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.90 (6H, d), 1.58~2.09 (1H, m), 2.47 (2H, d), 3.41 (1H, br), 4.95 (2H, s), 6.62 (2H, ABq), 6.83 (2H, ABq), 7.13 (2H, ABq), 7.33 (2H, ABq)

【0124】参考例 44

ベンジル o-ヒドロキシベンゾエート17.5gとN,N-ジメチルホルムアミド (30ml) の溶液をアルゴン気流下、60%水素化ナトリウム3.0gとN,N-ジメチルホルムアミド150mlの懸濁液に室温で滴下し、15分間攪拌した。エチル 4-ブチルプロマイド11.9mlを加え、30℃に保ち、2日間攪拌した。反応液を水にそそぎエーテルにて抽出した。抽出液を水で洗い、水層をエーテルで再抽出した。エーテル層を合わせ、飽和食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマト

(14)

特開平5-163223

25

グラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（7：1）の混液で溶出し、エチル 4-（*o*-ベンジルオキシカルボニル）フェノキシブチレート15.0gを得た。

【0125】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル（CDCl₃、TMS内部標準）
 δ : 1.24 (3H, t), 2.08 (2H, tt), 2.48 (2H, t), 4.08 (2H, t), 4.14 (2H, q), 5.36 (2H, s), 6.95~7.02 (2H, m), 7.34~7.49 (7H, m), 7.85 (1H, dd)

【0126】参考例 45

エチル 4-（*o*-ベンジルオキシカルボニル）フェノキシブチレート4.5gのエタノール溶液に10%パラジウム炭素50mgを加え、水素の吸収が止むまで攪拌したのち、触媒を濾過して除き、濾液を減圧濃縮した。残渣をエタノール-水から再結晶し、*o*-（3-エトキシカルボニルプロポキシ）安息香酸2.8gを得た。

【0127】理化学的性状

融点 88℃~90℃

【0128】参考例 46

o-（3-エトキシカルボニルプロポキシ）安息香酸250mgとメチレンクロライド2mlの溶液に、チオニルクロライド4mlを加え、2時間加熱還流した。反応液を減圧濃縮し、*o*-（3-エトキシカルボニルプロポキシ）ベンゾイルクロライド270mgを得た。これをメチレンクロライド2mlに溶解し、*p*-（*p*-イソブチルベンジルオキシ）アニリン250mg、ピリジン0.5ml、メチレンクロライド2mlの溶液に室温下加え、20分間攪拌した。反応液を氷-1規定塩酸の混液に注ぎ、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水、飽和食塩水でそれぞれ洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（12：1~5：1）の混液で溶出し、エチル 4-〔*o*-〔*N*-〔*p*-（*p*-イソブチルベンジルオキシ）フェニル〕カルバモイル〕フェノキシ〕ブチレート430mgを得た。

【0129】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル（CDCl₃、TMS内部標準）

δ : 0.92 (6H, d), 1.24 (3H, t), 1.80~1.96 (1H, m), 2.25~2.35 (2H, m), 2.50 (1H, d), 2.58 (2H, t), 4.15 (2H, q), 4.28 (2H, t), 5.04 (2H, s), 7.00 (2H, ABq), 7.00~7.04 (1H, m), 7.12~7.17 (1H, m), 7.19 (2H, ABq), 7.37 (2H, ABq), 7.45~7.52 (1H, m), 7.62 (2H, ABq), 8.29 (1H, dd), 9.76 (1H, s)

【0130】参考例 47

26

4-プロピルベンズアルデヒド ジエチルアセタール
 4.45gのエタノール（20ml）溶液に、6規定塩酸20mlを加え、1.5時間加熱還流した。反応液を減圧下濃縮し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（97：3）の混液で溶出し、4-プロピルベンズアルデヒド2.19gを得た。

10 【0131】理化学的性状

質量分析値（*m/z*）： 148（M⁺）

核磁気共鳴スペクトル（CDCl₃、TMS内部標準）
 δ : 0.95 (3H, t), 1.5~1.8 (2H, m), 2.68 (2H, t), 7.2~7.3 (2H, m), 7.7~8.0 (2H, m), 9.97 (1H, s)

【0132】参考例 48

アルゴン気流下、ジエチルエーテル30mlにマグネシウム540mgを加え、加熱還流下1-ブロモ-4-プロピルベンゼンのジエチルエーテル（10ml）溶液を滴下した。室温で2.5時間攪拌した後、氷冷下4-プロピルベンズアルデヒドのジエチルエーテル（10ml）溶液を滴下し、室温で2時間攪拌した。反応液に水、ジエチルエーテル、1規定塩酸を順次加えた後、その有機層を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（8：1）の混液で溶出し、ビス（4-プロピルフェニル）メタノール2.73gを得た。

30 【0133】理化学的性状

質量分析値（*m/z*）： 267（M+1）⁺

核磁気共鳴スペクトル（CDCl₃、TMS内部標準）
 δ : 0.92 (6H, t), 1.4~1.8 (4H, m), 2.12 (1H, m), 2.56 (4H, t), 5.77 (1H, s), 7.0~7.3 (8H, m)

【0134】参考例 49

参考例48と同様にして1-（4-イソブチルフェニル）ペンタノールを得た。

原料化合物：4-イソブチルベンズアルデヒド

40 【0135】理化学的性状

質量分析値（*m/z*）： 220（M⁺）

核磁気共鳴スペクトル（CDCl₃、TMS内部標準）
 δ : 0.89 (6H, d), 0.91 (3H, d), 1.25~1.38 (4H, m), 1.62~2.00 (5H, m), 2.46 (2H, d), 4.61 (1H, t), 7.05~7.29 (4H, m)

【0136】参考例 50

参考例48と同様にして2,4-ジイソブチルベンジルアルコールを得た。

50 原料化合物：4-イソブチルベンズアルデヒド

- (15) 特開平5-163223
- 27
- 【0137】理化学的性状
質量分析値 (m/z): GC-MS 220 (M^+), 57 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 0.90 (6H, d), 0.94 (6H, d), 1.47~2.00 (4H, m), 1.75 (1H, br s), 2.46 (2H, d), 4.72 (1H, br t), 7.11 (2H, d), 7.26 (2H, d)
- 【0138】参考例 51
参考例48と同様にして1-(4-イソブチルフェニル)-4-メチルペンタノールを得た。
原料化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド
- 【0139】理化学的性状
質量分析値 (m/z): 234 (M^+)
核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 0.83~0.93 (12H, m), 1.03~1.93 (9H, m), 2.46 (2H, d), 4.58 (1H, t), 7.05~7.29 (4H, m)
- 【0140】参考例 52
アルゴン気流下、4-イソブチルベンズアルデヒド3.24gのテトラヒドロフラン (80ml) 溶液に、氷冷下プロピルマグネシウムブロマイドの2M 溶液15mlを滴下し、室温で3時間攪拌した。反応液を氷水に注ぎ、減圧濃縮した。得られた残渣に酢酸エチルを加え、1規定塩酸と飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル (9:1) の混液で溶出し、1-4-イソブチルフェニル) ブタノール3.35gを得た。
- 【0141】理化学的性状
質量分析値 (m/z): GC-MS 206 (M^+), 57 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 0.90 (6H, d), 0.93 (3H, t), 1.21~1.55 (2H, m), 1.62~2.00 (3H, m), 2.10~2.50 (1H, br), 2.46 (2H, d), 4.65 (1H, t), 7.10 (2H, d), 7.26 (2H, d)
- 【0142】参考例 53
参考例52と同様にして2-エチル-4-イソペンジルアルコールを得た。
原料化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド
- 【0143】理化学的性状
質量分析値 (m/z): GC-MS 192 (M^+), 57 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 0.90 (6H, d), 0.91 (3H, t), 1.63~2.00 (3H, m), 2.47 (2H, d), 2.20~2.70 (1H, br), 4.57 (1H, t), 7.11 (2H, d), 7.26 (2H, d)
- 28
- 【0144】参考例 54
参考例52と同様にして4-(4-イソブチル- α -イソプロピル) ベンジルアルコールを得た。
原料化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド
- 【0145】理化学的性状
質量分析値 (m/z): GC-MS 206 (M^+), 57 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 0.78 (3H, d), 0.90 (6H, d), 1.00 (3H, d), 1.71~2.16 (2H, m), 1.80 [1H, br (-OH)], 2.46 (2H, d), 4.32 (1H, br d), 7.09 (2H, d), 7.23 (2H, d)
- 【0146】参考例 55
1-(4-イソブチルフェニル) ブタノール1.24gの四塩化炭素 (12ml) 溶液に、室温下三臭化リン2.2mlを滴下し、5時間攪拌した。反応液を氷水に注ぎ、クロロホルムで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧濃縮して、1-(4-イソブチルフェニル) ブチルブロマイド1.75gを得た。
- 【0147】理化学的性状
質量分析値 (m/z): GC-MS 270 (M^+) 268 (M^+) 147 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 0.90 (6H, d), 0.94 (3H, t), 1.19~1.51 (2H, m), 1.64~2.04 (1H, m), 2.11~2.36 (2H, m), 2.46 (2H, d), 4.98 (1H, t), 7.09 (2H, d), 7.29 (2H, d)
- 【0148】参考例 56
参考例55と同様にして α -エチル-4-イソブチルベンジルブロマイドを得た。
原料化合物: α -エチル-4-イソブチルベンジルアルコール
- 【0149】理化学的性状
質量分析値 (m/z): GC-MS 256 (M^+) 131 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 0.90 (6H, d), 0.99 (3H, t), 1.64~2.02 (1H, m), 2.22 (2H, d), 2.46 (2H, d), 4.88 (1H, t), 7.09 (2H, d), 7.29 (2H, d)
- 【0150】参考例 57
参考例55と同様にして4-イソブチル- α -イソプロピルベンジルブロマイドを得た。

(16)

特開平5-163223

29

原料化合物：4-イソブチル- α -イソプロピルベンジルアルコール

【0151】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : GC-MS 270 (M^+) 189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.85 (3H, d), 0.90 (6H, d), 1.28 (3H, d), 1.64~2.09 (1H, m), 2.11~2.36 (1H, m), 2.46 (2H, d), 4.71 (1H, d), 7.08 (2H, d), 7.27 (2H, d)

【0152】参考例 58

参考例55と同様にして α 、4-ジイソブチルベンジルプロマイドを得た。

原料化合物： α 、4-ジイソブチルベンジルアルコール

【0153】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 274 (M^+), 272 (M^+), 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 0.92 (3H, d), 0.94 (3H, d), 1.57~2.32 (4H, m), 2.46 (2H, d), 5.05 (1H, d), 7.09 (2H, d), 7.30 (2H, d)

【0154】参考例 59

参考例55と同様にして4, 4'-ジイソプロピルベンズヒドリルプロマイドを得た。

【0155】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 251 ($M-Br$)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.93 (6H, t), 1.4~1.8 (4H, m), 2.57 (4H, t), 6.27 (1H, s), 7.1~7.4 (8H, m)

【0156】参考例 60

参考例55と同様にして3-メチル-4-ニトロベンジルプロマイドを得た。

原料化合物：3-メチル-4-ニトロベンジルアルコール

【0157】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 231 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 2.63 (3H, s), 4.48 (2H, s), 7.3~7.5 (2H, m), 7.9~8.1 (1H, m)

【0158】参考例 61

4-イソブチルベンズアルデヒド12.96gの50%エタノール (480ml) 溶液に、硝酸銀28.5gと水酸化ナトリウム12.8gを加え、5時間加熱還流した。反応液を減圧濃縮し、10%塩酸でpH<5に調整し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硝酸ナトリウムで乾燥した後、減圧濃縮するこ

30

とにより、4-イソブチル安息香酸13.2gを得た。

【0159】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 179 ($M+1$)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.92 (6H, d), 1.8~2.0 (1H, m), 2.55 (2H, d), 7.25 (2H, d), 8.03 (2H, d)

【0160】参考例 62

4-イソブチル安息香酸11.3gとトリエチルアミン7.1g及びジメチルホルムアミド (80ml) の混液に、氷冷下、ジフェニルリン酸アシド19.3gのN, N-ジメチルホルムアミド (80ml) 溶液を滴下し、室温で5時間攪拌した。反応液に酢酸エチルを加え、水、次いで飽和炭酸水素ナトリウム水溶液で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣を1-ブタノール160mlに溶解し、11時間加熱還流した。反応液に減圧濃縮し、得られた残渣に、氷冷下トリフルオロ酢酸180mlを滴下し、室温で2.5時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣を5規定水酸化ナトリウム水溶液で中和した後、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、クロロホルムで溶出し、4-イソブチルアニリン7.9gを得た。

【0161】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 149 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.84 (6H, d), 1.6~2.0 (1H, m), 2.36 (2H, d), 3.46 (2H, s), 6.5~6.7 (2H, m), 6.8~7.0 (2H, m)

【0162】参考例 63

4-イソブチルアニリン1.38gのメチレンクロライド (30ml) 溶液に、氷冷下無水トリフルオロ酢酸5mlを滴下し、室温で1時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣にアセトン70ml, 4-ニトロベンジルプロマイド、炭酸カリウム2.37gを加え、2.5時間加熱還流した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣にメタノール25mlと5規定水酸化ナトリウム水溶液10mlを加え、30℃に加熱して1.5時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル (9:1) の混液で溶出し、N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン2.13gを得た。

【0163】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 284 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 1.6~1.9 (1H, m)

(17)

特開平5-163223

31

m), 2.35 (2H, d), 4.44 (2H, s), 6.4~6.6 (2H, m), 6.9~7.0 (2H, m), 7.4~7.6 (2H, m), 8.1~8.3 (2H, m)

【0164】参考例 64

参考例63と同様にしてN-エチル-4-イソブチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチルアニリン

【0165】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 177 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 1.24 (3H, t), 1.6~2.0 (1H, m), 2.35 (2H, d), 3.13 (2H, q), 6.5~6.6 (2H, m), 6.9~7.1 (2H, m)

【0166】参考例 65

4-イソブチルアニリン4.31gの辛酸(10ml)溶液に、氷冷下辛酸:無水酢酸(5:3)の混液を滴下し、60℃に加熱して1時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、N-(4-イソブチルフェニル)ホルムアミド 4.44gを得た。

【0167】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 177 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.93 (6H, d), 1.6~2.1 (1H, m), 2.45 (2H, d), 6.9~7.7 (5H, m), 8.3~8.8 (1H, m)

【0168】参考例 66

4-イソブチルアニリン750mgとピリジン:メチレンクロライド(1:1)4mlの混合溶液に、氷冷下プロピオン酸クロライド510mgのメチレンクロライド2ml溶液を滴下し、室温で2.5時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を1規定塩酸、水、飽和炭酸水素ナトリウム溶液、飽和食塩水で順次洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた結晶性残渣をヘキサンから再結晶することにより、N-(4-イソブチルフェニル)プロピオン酸アミド870mgを得た。

【0169】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 205 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 1.24 (3H, t), 1.6~2.0 (1H, m), 2.2~2.5 (4H, m), 7.0~7.5 (5H, M)

【0170】参考例 67

参考例66と同様にしてN-(4-イソブチル)イソブタン酸アミドを得た。

原料化合物: 4-イソブチルアニリン

【0171】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 219 (M⁺)

32

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 1.25 (3H, t), 1.83 (1H, m), 2.3~2.7 (3H, m), 6.9~7.2 (3H, m), 7.3~7.6 (2H, m)

【0172】参考例 68

アルゴン気流下、水素化リチウムアルミニウム570mgとテトラヒドロフラン20mlの懸濁液に氷冷下N-(4-イソブチルフェニル)ホルムアミド890mgのテトラヒドロフラン溶液10mlを滴下し、室温で1時間攪拌した。反応液に硫酸ナトリウム・10水塩を加えて反応を止め、酢酸エチルで希釈し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧下濃縮し、N-メチル-4-イソブチルアニリン800mgを得た。

【0173】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 163 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.90 (6H, d), 1.6~2.0 (1H, m), 2.39 (2H, d), 2.84 (3H, s), 3.1~3.8 (1H, m), 6.5~6.7 (2H, m), 6.9~7.1 (2H, m)

【0174】参考例 69

参考例68と同様にして4-イソブチル-N-プロピルアニリンを得た。

原料化合物: N-(4-イソブチルフェニル)プロピオン酸アミド

【0175】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 191 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.80 (6H, d), 0.99 (3H, t), 1.4~1.9 (3H, m), 2.35 (2H, d), 3.07 (2H, t), 3.1~3.4 (1H, m), 6.5~6.6 (2H, m), 6.9~7.0 (2H, m)

【0176】参考例 70

参考例68と同様にしてN-4-ジイソブチルアニリンを得た。

原料化合物: N-(4-イソブチルフェニル)イソブタン酸アミド

【0177】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 205 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.97 (6H, d), 1.7~2.0 (2H, m), 2.35 (2H, d), 2.91 (2H, d), 3.2~3.5 (1H, m), 6.4~6.6 (2H, m), 6.8~7.0 (2H, m)

【0178】参考例 71

4-プロピルアセトフェノン1gとエチルアルコール200mlの混液に氷冷下、300mgの水素化ホウ素ナト

(18)

特開平5-163223

33

リウム0.3gを加え、室温で一晩攪拌した。反応液を減圧濃縮し、残留物に酢酸エチル200mlを加え、水洗し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧濃縮し、1-(4-プロピルフェニル)エタノールを得た。このものを参考例55と同様に処理して1-(4-プロピルフェニル)エチルブromaid1.4gを得た。

【0179】参考例 72

参考例71と同様にして1-(4-エチルフェニル)エチルブromaidを得た。

原料化合物：4-エチルアセトフェノン

【0180】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDC1₃, TMS内部標準)
 δ : 1.22 (3H, t), 2.04 (3H, d), 2.66 (2H, q), 5.24 (1H, q), 7.26 (4H, dd)

【0181】参考例 73

参考例71と同様にして1-(4-イソプロピルフェニル)エチルブromaidを得た。

原料化合物：4-イソプロピルアセトフェノン

【0182】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDC1₃, TMS内部標準)
 δ : 1.26 (3H, d), 2.03 (3H, d), 2.90 (1H, dt), 5.22 (1H, q), 7.27 (4H, dd)

【0183】参考例 74

参考例71と同様にして1-(4-メチルフェニル)エチルブromaidを得た。

原料化合物：4-メチルアセトフェノン

【0184】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDC1₃, TMS内部標準)
 δ : 2.02 (3H, d), 2.33 (3H, s), 5.20 (1H, q), 7.23 (4H, dd)

【0185】参考例 77

2,3,6-トリメチルフェノール9.63gと2-ブタノン200mlの溶液に、室温下ジメチル硫酸8.03ml、炭酸カリウム14.7g及びテトラブチルアンモニウムブromaid1.0gを加え、加熱還流下で8時間攪拌した。反応液に酢酸エチルを加え、水、飽和炭酸水素ナトリウム水溶液、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下で溶媒を留去して2,3,6-トリメチルアニソール9.65gを得た。

【0186】理化学的性状

質量分析値(m/z): 150 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDC1₃, TMS内部標準)
 δ : 2.19 (3H, s), 2.20 (3H, s), 2.25 (3H, s), 3.68 (3H, s), 6.86 (2H, d)

【0187】参考例 78

4-イソブチルベンジルブromaid5.38gをアルゴン気流下30mlのキシレンに懸濁した。トリフェニル

34

ホスフィン6.20gを加え、160℃にて1時間半加熱還流したのち、室温に戻し、結晶をろ取し、さらに熱ベンゼンにて洗浄したのち乾燥し、4-イソブチルベンジルトリフェニルホスホニウムブromaid10.3gの白色結晶を得た。

【0188】理化学的性状

¹H NMR (90MHz, D₂O, TMS内部標準)
 δ : 0.84 (6H, d), 1.60~2.00 (m, 1H), 2.44 (m, 2H), 6.96 (m, 4H), 7.49~7.98 (m, 15H)

【0189】参考例 79

アルゴン気流下、60%水素化ナトリウム(293mg, 7.3mmol)をヘキサンで洗浄し、ジメチルスルホキシド50mlを加え、65℃を超えないように3時間加熱攪拌した。反応液を室温に戻し、4-イソブチルベンジルトリフェニルホスホニウムブromaid(4.34g, 8.8mmol)をゆっくり加えた。さらに2時間攪拌したのち、4-ニトロベンズアルデヒド(1.1g, 7.2mmol)のテトラヒドロフラン溶液20mlを加え、一晩攪拌放置した。反応液を水に注ぎ、エーテルで抽出し、有機層を水、飽和食塩水でそれぞれ洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧濃縮のち、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル(20:1)の混液で溶出し、4-イソブチル-4-ニトロ-trans-スチルベン1.63gを得た。

【0190】理化学的性状

質量分析値(m/z): GC-MS 281 (M⁺), 238 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル(100MHz, CDC1₃, TMS内部標準)
 δ : 0.90 (6H, d), 1.74~2.08 (1H, m), 2.50 (2H, d), 7.14 (2H, s), 7.17 (2H, d), 7.46 (2H, d), 7.61 (2H, d), 8.22 (2H, d)

【0191】参考例 80

参考例79と同様にして4-ニトロ-trans-スチルベンを得た。

原料化合物：ベンジルトリフェニルホスホニウムクロライド、4-ニトロベンズアルデヒド

【0192】理化学的性状

質量分析値(m/z): GC-MS 225 (M⁺), 178

(base peak)

核磁気共鳴スペクトル(90MHz, CDC1₃, TMS内部標準)

δ : 7.10 (1H, d), 7.31 (1H, d), 7.29~7.58 (5H, m), 7.62 (2H, d), 8.23 (2H, d)

【0193】参考例 81

(19)

特開平5-163223

35

参考例79と同様にして4-ニトロ-*c*:*s*-スチルベンを得た。

原料化合物：ベンジルトリフェニルホスホニウムクロライド、4-ニトロベンズアルデヒド

【0194】理化学的性状

質量分析値 (m/z): GC-MS 225 (M^+) (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 6.59 (1H, d), 6.83 (1H, d), 7.23 (5H, s), 7.36 (2H, d), 8.07 (2H, d)

【0195】参考例 82

3-エチルフェノール3.10gと無水酢酸30mlの溶液を氷冷下4規定硝酸水溶液6.3mlを加え室温にて一夜攪拌した。反応液を氷水100mlに注ぎ酢酸エチル100mlで3回抽出し、飽和食塩水で洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、減圧濃縮した。得られた油状物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (シリカゲル300g使用) に付し、トルエンで溶出して3-エチル-4-ニトロフェノール0.96gを得た。

【0196】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 167 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.28 (3H, t), 2.96 (2H, q), 6.00 (1H, br), 6.74 (2H, m), 8.00 (1H, d)

【0197】参考例 83

2, 3, 6-トリメチルアニリール3.54gと無水酢酸40ml溶液に、氷冷下4規定硝酸水溶液5.4mlを滴下した。0℃で20分間攪拌し、4規定硝酸水溶液5.0mlを滴下し、さらに0℃で30分間攪拌した。反応液を氷水に注ぎ、酢酸エチルで抽出し、抽出液を無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下溶媒を留去し、残物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル (20:1) の混液で溶出して4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルアニソール1.02gを得た。

【0198】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 195 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 2.27 (3H, s), 2.30 (3H, s), 2.37 (3H, s), 3.72 (3H, s), 7.52 (1H, s)

【0199】参考例 84

参考例83と同様にして4-ニトロ-3, 5-ジメチルフェノールを得た。

原料化合物：3, 5-ジメチルフェノール

【0200】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 167 (M^+)

36

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)
 δ : 2.29 (6H, s), 5.35 (1H, s), 6.56 (2H, s)

【0201】参考例 85

4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルアニソール0.94gと48%臭化水素酸20mlの溶液を、加熱還流下1.5時間攪拌した。反応液を放冷し、氷水に注ぎ、炭酸カリウムで中和し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下で溶媒を留去した。残物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル (6:1) の混液で溶出して4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルフェノール0.70gを得た。

【0202】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 181 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 2.24 (3H, s), 2.27 (3H, s), 2.43 (3H, s), 5.19 (1H, s), 7.61 (1H, s)

【0203】参考例 86

5gの2, 3-ジメチル-4-ニトロアニソールを50mlの48% HBr水溶液に加え、120℃で4日間攪拌還流を行なった。エーテルにて抽出を行ない、エーテル層を飽和食塩水にて洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧濃縮した後、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル (10:1) の混液で溶出し、6-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノールを1.9g得た。

【0204】理化学的性状

質量分析値 (m/z): GC-MS 247 (M^+) 65 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $DMSO-d^6$, TMS内部標準)

δ : 2.24 (3H, s), 2.31 (3H, s), 7.98 (1H, s), 10.20 (1H, br)

【0205】参考例 87

2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール890mg, 1-(4-イソブチルフェニル) ブチルブロマイド1.72g, テトラブチルアンモニウムブロマイド50mg及び2-ブタノン30mlの溶液に、炭酸カリウム1.1gを加え、3.5時間加熱還流した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和炭酸水素ナトリウム溶液と飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：トルエン (4:1) の混液で溶出し、2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル) プロキシ] ニトロベンゼン1.16gを得た。

【0206】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 356 ($M+1$)

37	(20)	特開平5-163223 38
<p>189 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.87 (6H, d), 0.95 (3H, t), 1.32~1.61 (2H, m), 1.76~1.90 (2H, m), 1.96~2.08 (1H, m), 2.36 (3H, s), 2.44 (3H, s), 2.44 (2H, d), 5.17 (1H, dd), 6.57 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.20 (2H, d), 7.59 (1H, d) 【0207】参考例 88 参考例87と同様にして4-イソブチルベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。 原料化合物: 3-メチル-4-ニトロフェノール, 4-イソブチルベンジルブロマイド 【0208】理化学的性状 質量分析値 (m/z): GC-MS 299 (M⁺) 147 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.91 (6H, d), 1.66~2.04 (1H, m), 2.50 (2H, d), 2.62 (3H, s), 5.09 (2H, s), 6.79~6.93 (2H, m), 7.17 (2H, d), 7.33 (2H, d), 8.07 (1H, dd) 【0209】参考例 89 参考例87と同様にして2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。 原料化合物: 4-イソブチルベンジルブロマイド, 2,3-ジメチル-4-ニトロフェノール 【0210】理化学的性状 質量分析値 (m/z): GC-MS 313 (M⁺) 147 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.91 (6H, d), 1.64~2.06 (1H, m), 2.27 (3H, s), 2.45 (3H, s), 2.49 (2H, d), 5.11 (2H, s), 6.79 (1H, s), 7.16 (2H, d), 7.33 (2H, d), 7.75 (1H, d) 【0211】参考例 90 参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。 原料化合物: 4-イソブチル-α-メチルベンジルブロマイド, 4-ニトロフェノール 【0212】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 300 (M+1)⁺ 161 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.87 (6H, d), 1.66 (3H, d), 1.75~1.91 (1H, m), 2.45 (2H, d), 5.39 (1H, q), 6.92 (2H, d), 7.14 (2H, d), 7.26 (2H, d), 8.12 (2H, d) 【0213】参考例 91 参考例87と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。 原料化合物: α-エチル-4-イソブチルベンジルブロマイド, 4-ニトロフェノール 【0214】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 314 (M+1)⁺ 175 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.90 (6H, d), 1.20 (3H, t), 1.75~2.10 (3H, m), 2.44 (2H, d), 5.10 (1H, t), 6.91 (2H, d), 7.17 (2H, d), 7.22 (2H, d), 8.10 (2H, d) 【0215】参考例 92 参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。 原料化合物: 4-イソブチル-α-メチルベンジルブロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール 【0216】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 314 (M+1)⁺ 161 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.86 (6H, d), 1.65 (3H, d), 1.75~1.90 (1H, m), 2.45 (2H, d), 2.55 (3H, s), 5.37 (1H, q), 6.73 (1H, dd), 6.78 (1H, d), 7.14 (2H, d), 7.26 (2H, d), 7.99 (1H, d) 【0217】参考例 93 参考例87と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。 原料化合物: α-エチル-4-イソブチルベンジルブロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール 【0218】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 328 (M+1)⁺ 175 (base peak)</p>	<p>MS内部標準) δ: 0.87 (6H, d), 1.66 (3H, d), 1.75~1.91 (1H, m), 2.45 (2H, d), 5.39 (1H, q), 6.92 (2H, d), 7.14 (2H, d), 7.26 (2H, d), 8.12 (2H, d) 【0213】参考例 91 参考例87と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。 原料化合物: α-エチル-4-イソブチルベンジルブロマイド, 4-ニトロフェノール 【0214】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 314 (M+1)⁺ 175 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.90 (6H, d), 1.20 (3H, t), 1.75~2.10 (3H, m), 2.44 (2H, d), 5.10 (1H, t), 6.91 (2H, d), 7.17 (2H, d), 7.22 (2H, d), 8.10 (2H, d) 【0215】参考例 92 参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。 原料化合物: 4-イソブチル-α-メチルベンジルブロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール 【0216】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 314 (M+1)⁺ 161 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.86 (6H, d), 1.65 (3H, d), 1.75~1.90 (1H, m), 2.45 (2H, d), 2.55 (3H, s), 5.37 (1H, q), 6.73 (1H, dd), 6.78 (1H, d), 7.14 (2H, d), 7.26 (2H, d), 7.99 (1H, d) 【0217】参考例 93 参考例87と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。 原料化合物: α-エチル-4-イソブチルベンジルブロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール 【0218】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 328 (M+1)⁺ 175 (base peak)</p>	<p>38 MS内部標準) δ: 0.87 (6H, d), 1.66 (3H, d), 1.75~1.91 (1H, m), 2.45 (2H, d), 5.39 (1H, q), 6.92 (2H, d), 7.14 (2H, d), 7.26 (2H, d), 8.12 (2H, d) 【0213】参考例 91 参考例87と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。 原料化合物: α-エチル-4-イソブチルベンジルブロマイド, 4-ニトロフェノール 【0214】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 314 (M+1)⁺ 175 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.90 (6H, d), 1.20 (3H, t), 1.75~2.10 (3H, m), 2.44 (2H, d), 5.10 (1H, t), 6.91 (2H, d), 7.17 (2H, d), 7.22 (2H, d), 8.10 (2H, d) 【0215】参考例 92 参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。 原料化合物: 4-イソブチル-α-メチルベンジルブロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール 【0216】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 314 (M+1)⁺ 161 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃), TMS内部標準) δ: 0.86 (6H, d), 1.65 (3H, d), 1.75~1.90 (1H, m), 2.45 (2H, d), 2.55 (3H, s), 5.37 (1H, q), 6.73 (1H, dd), 6.78 (1H, d), 7.14 (2H, d), 7.26 (2H, d), 7.99 (1H, d) 【0217】参考例 93 参考例87と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。 原料化合物: α-エチル-4-イソブチルベンジルブロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール 【0218】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 328 (M+1)⁺ 175 (base peak)</p>

(21)

特開平5-163223

39

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 0.99 (3H, t), 1.80~1.95 (2H, m), 1.96~2.09 (1H, m), 2.45 (2H, d), 2.56 (3H, s), 5.09 (1H, t), 6.73 (1H, d), 6.79 (1H, d), 7.14 (2H, d), 7.23 (2H, d), 7.99 (1H, d)

【0219】参考例 94

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-イソプロピル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-2-イソプロピルベンジルプロマイド、4-ニトロフェノール

【0220】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 328 (M+1)⁺

189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.90 (3H, d), 1.05 (3H, d), 1.68~1.99 (1H, m), 2.00~2.28 (1H, m), 2.44 (2H, d), 4.86 (1H, d), 6.88 (2H, d), 7.06 (2H, d), 7.21 (2H, d), 8.07 (2H, d), 3.10~3.60 (2H, br)

【0221】参考例 95

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-イソプロピル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-α-イソプロピルベンジルプロマイド、3-メチル-4-ニトロフェノール

【0222】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 342 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 0.89 (3H, d), 1.04 (3H, d), 1.70~2.18 (2H, m), 2.44 (2H, d), 2.54 (3H, s), 4.84 (1H, d), 6.64~6.74 (2H, m), 7.08 (2H, d), 7.23 (2H, d), 7.94 (1H, d)

【0223】参考例 96

参考例87と同様にして3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]ニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 2-クロロ-4-ニトロフェノール

【0224】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 332 (M-1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準) 50

40

δ: 0.80 (6H, d), 1.65 (3H, d), 1.5~2.0 (1H, m), 2.37 (2H, d), 5.37 (1H, q), 6.76 (1H, d), 6.9~7.3 (4H, m), 7.89 (1H, dd), 8.19 (1H, d)

【0225】参考例 97

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-プロピル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 1-プロモ-1-(4-イソブチル)フェニルブタン、3-メチル-4-ニトロフェノール

【0226】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.95 (3H, t), 1.26~1.56 (2H, m), 1.68~2.09 (3H, m), 2.44 (2H, d), 2.54 (3H, s), 5.14 (1H, dd), 6.63~6.75 (1H, m), 6.75 (1H, s), 5.14 (1H, dd), 6.63~6.75 (1H, m), 6.75 (1H, s), 7.08 (2H, d), 7.20 (2H, d), 7.95 (1H, d)

【0227】参考例 98

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-α-プロピル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 1-プロモ-1-(4-イソブチル)フェニルブタン、4-ニトロフェノール

【0228】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.95 (3H, t), 1.26~1.64 (2H, m), 1.67~2.11 (3H, m), 2.44 (2H, d), 5.16 (1H, dd), 6.89 (2H, d), 7.09 (2H, d), 7.21 (2H, d), 8.08 (2H, d)

【0229】参考例 99

参考例87と同様にして4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: α, 4-ジイソブチルベンジルプロマイド、3-メチル-4-ニトロフェノール

【0230】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 356 (M+1)⁺

147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 0.87 (3H, d), 0.98 (3H, d), 1.52~2.12 (4H, m), 2.42 (2H, d), 2.53 (3H, s), 5.18 (1H, dd), 6.70 (1H, dd),

(22)

特開平5-163223

41

6. 74 (1H, s), 7. 08 (2H, d), 7. 20 (2H, d), 7. 95 (1H, d)

【0231】参考例 100

参考例87と同様にして4-(α , 4-ジイソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 2, 4-ジイソブチルベンジルプロマイド, 4-ニトロフェノール

【0232】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 340 ($M-1$)⁺ 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 86 (6H, d), 0. 88 (3H, d), 0. 97 (3H, d), 1. 41~2. 09 (4H, m), 2. 42 (2H, d), 5. 20 (1H, dd) 6. 87 (2H, d), 7. 08 (2H, d), 7. 21 (2H, d), 8. 07 (2H, d)

【0233】参考例 101

参考例87と同様にして2, 3-ジメチル-4-(α -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロフェノールを得た。

原料化合物: α -エチル-4-イソブチルベンジルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール

【0234】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 342 ($M+1$)⁺

175 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 86 (6H, d), 1. 00 (3H, t), 1. 75~2. 09 (3H, m), 2. 37 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 2. 44 (3H, s), 5. 10 (1H, t), 6. 56 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 20 (2H, d), 7. 59 (1H, d)

【0235】参考例 102

参考例87と同様にして2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-2-イソプロピル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-2-イソプロピルベンジルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール

【0236】理化学的性状

質量分析値 (m/z): m/e (FAB) 328 ($M+1$)⁺

189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 87 (6H, d), 0. 90 (3H, d), 1. 05 (3H, d), 1. 68~1. 99 (1H,

42

m), 2. 00~2. 28 (1H, m), 2. 44 (2H, d), 4. 86 (1H, d), 6. 88 (2H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 21 (2H, d), 8. 07 (2H, d)

【0237】参考例 103

参考例87と同様にして5-ブromo-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル- α -メチルベンジルプロマイド, 6-ブromo-2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール

【0238】参考例 104

参考例87と同様にして3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル- α -メチルベンジルプロマイド, 2, 6-ジメチル-4-ニトロフェノール

【0239】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 326 ($M-1$)⁺

161 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (400MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 90 (6H, d), 1. 69 (3H, d), 1. 80~1. 92 (1H, m), 2. 17 (6H, s), 2. 47 (2H, d), 4. 99 (1H, q), 7. 11 (2H, d), 7. 23 (2H, d), 7. 86 (2H, s)

【0240】参考例 105

参考例87と同様にして4-(2, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2, 3-ジメチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-(α , 4-ジイソブチル)ベンジルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール

【0241】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 370 ($M+1$)⁺

147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 86 (6H, d), 0. 93 (3H, d), 0. 99 (3H, d), 1. 52~1. 67 (1H, m), 1. 77~1. 90 (2H, m), 1. 98~2. 09 (1H, m), 2. 31 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 5. 22 (1H, dd), 6. 57 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 21 (2H, d), 7. 59 (1H, d)

【0242】参考例 106

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ-2, 6-ジメチルニトロベンゼンを得た。

(23)

特開平5-163223

43

原料化合物: 4-ニトロ-3, 5-ジメチルフェノール

【0243】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 327 (M^+)核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.62 (3H, d),
1.72~2.00 (1H, m), 2.24 (6H,
s), 2.47 (2H, d), 5.31 (1H, q),
6.57 (2H, s), 7.08~7.31 (4H,
m)

【0244】参考例 107

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-2-メ
チルベンジルオキシ)-2, 3, 5-トリメチルニトロ
ベンゼンを得た。

原料化合物: 4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルフェ
ノール

【0245】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 340 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.65 (3H, d),
1.86 (1H, m), 2.09 (3H, s), 2.
13 (3H, s), 2.33 (3H, s), 2.47
(2H, m), 4.89 (1H, m), 7.11~7.
12 (2H, m), 7.22~7.26 (2H, m),
7.49 (1H, s)

【0246】参考例 108

参考例87と同様にして4-(3, 7-ジメチルオクト
-2, 6-ジエニル)オキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: グラニルブロマイド, 4-ニトロフェノ
ール

【0247】理化学的性状

質量分析値 (m/e): FAB 276 ($M+1$)⁺
69 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TM
S内部標準)

δ : 1.60 (3H, s), 1.67 (3H, s),
1.75 (3H, s), 1.94~2.18 (4H,
m), 4.64 (2H, d), 4.94~5.17 (1
H, m), 5.38~5.56 (1H, m), 6.95
(2H, ABq), 8.19 (2H, ABq)

【0248】参考例 109

参考例87と同様にして4-(3, 7-ジメチルオクト
-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルニトロベン
ゼンを得た。

原料化合物: グラニルブロマイド, 3-メチル-4-ニ
トロフェノール

【0249】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 290
($M+1$)⁺

69 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TM 50

44

S内部標準)

δ : 1.61 (3H, s), 1.68 (3H, s),
1.75 (3H, s), 1.92~2.12 (4H,
m), 2.63 (3H, s), 4.60 (2H, d),
5.08 (1H, br), 5.36~5.55 (1H,
m), 6.72~6.86 (2H, m), 8.07 (1
H, d)

【0250】参考例 110

参考例87と同様にして2, 3-ジメチル-4-(3,
7-ジメチルオクター-2, 6-ジエニルオキシ)ニトロ
ベンゼンを得た。

原料化合物: グラニルブロマイド, 2, 3-ジメチル-
4-ニトロフェノール

【0251】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 304
($M+1$)⁺

69 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TM
S内部標準)

δ : 1.60 (3H, s), 1.67 (3H, s),
1.73 (3H, s), 2.09 (4H, br m),
2.22 (3H, s), 2.49 (3H, s), 4.6
1 (2H, d), 4.97~5.17 (1H, m),
5.36~5.54 (1H, m), 6.74 (1H,
d), 7.77 (1H, d)

【0252】参考例 111

参考例87と同様にして3, 4-ビス-(4-イソブチ
ル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチルベンジルブロマイド, 4-
ニトロカテコール

【0253】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 448
($M+1$)⁺

147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, T
MS内部標準)

δ : 0.91 (12H, d), 1.79~1.94 (2
H, m), 2.49 (4H, d), 5.20 (2H,
s), 5.24 (2H, s), 6.97 (1H, d),
7.18 (4H, d), 7.36 (2H, d), 7.4
0 (2H, d), 7.85 (1H, s), 7.88 (1
H, d)

【0254】参考例 112

1-(4-イソブチルフェニル)エタノール1.12
g, 3-エチル-4-ニトロフェノール0.87g, ト
リフェニルホスフィン1.64gとTHF20mlの溶
液に氷冷下, 1.7N-ジイソプロピルアゾカルボキ
シレートTHF溶液3.7mlを加え, 室温で3時間攪
拌した。反応液の溶媒を減圧下に留去し, 得られた油状
物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (シリカゲル

(24)

特開平5-163223

45

100g使用)に付し、ヘキサン:酢酸エチル:9:1の混液で溶出して3-エチル-4-ニトロ[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]ベンゼン0.83gを得た。

【0255】理化学的性状

質量分析値(m/z): 327 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.91 (6H, d), 1.19 (3H, t), 1.65 (2H, d), 1.88 (1H, m), 2.44 (3H, d), 2.80 (2H, q), 5.35 (1H, g), 6.77 (2H, m), 7.20 (m, 4H), 7.90 (1H, d)

【0256】参考例 113

N-プロピル-4-イソブチルアニリン780mg, ヨウ化カリウム50mgと2-ブタノン50mlの溶液に、炭酸カリウム850mgを加え、10時間加熱還流した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(95:5)の混液で溶出し、N-(4-ニトロベンジル)-N-プロピル-4-イソブチルアニリン1.45gを得た。

【0257】理化学的性状

質量分析値(m/z): 326 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.8~1.0 (9H, m), 1.6~1.8 (3H, m), 2.36 (2H, s), 3.34 (2H, s), 4.59 (2H, s), 6.56 (2H, s), 6.97 (2H, s), 7.41 (2H, s), 8.17 (2H, s)

【0258】参考例 114

参考例113と同様にしてN-(4-ニトロベンジル)-N, 4-ジイソブチルアニリンを得た。

原料化合物: N, 4-ジイソブチルアニリン

【0259】理化学的性状

質量分析値(m/z): 340 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.96 (6H, d), 1.77 (1H, m), 2.12 (1H, m), 2.34 (2H, d), 3.21 (2H, d), 4.63 (2H, s), 6.54 (2H, d), 6.94 (2H, d), 7.35 (2H, d), 8.14 (2H, d)

【0260】参考例 115

参考例113と同様にしてN-エチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリンを得た。

原料化合物: N-エチル-4-イソブチルアニリン

【0261】理化学的性状

質量分析値(m/z): 312 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

46

δ: 0.85 (6H, d), 1.19 (3H, t), 1.6~2.0 (1H, m), 1.14 (2H, d), 3.46 (2H, q), 4.54 (2H, s), 6.56 (2H, dt), 6.96 (2H, dt), 7.41 (2H, dt), 8.16 (2H, dt)

【0262】参考例 116

参考例113と同様にして4-イソブチル-N-メチル-N-(3-メチル-4-ニトロベンジル)アニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-メチルアニリン

【0263】理化学的性状

質量分析値(m/z): 312 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 1.80 (1H, m), 2.18 (2H, d), 2.58 (3H, s), 2.99 (3H, s), 4.50 (2H, s), 6.6~6.8 (2H, m), 6.9~7.1 (2H, m), 7.1~7.3 (2H, m), 7.95 (1H, d)

【0264】参考例 117

参考例113と同様にして4-イソブチル-N-メチル-N-(2-メチル-3-ニトロベンジル)アニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-メチルアニリン

【0265】理化学的性状

質量分析値(m/z): 312 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 1.80 (1H, m), 2.38 (2H, d), 2.42 (3H, s), 4.47 (2H, s), 6.5~6.7 (2H, m), 3.01 (3H, s), 6.9~7.1 (2H, m), 7.2~7.5 (2H, m), 7.6~7.8 (1H, m)

【0266】参考例 118

4-ニトロアニリン890mgとメチレンクロライド15mlの溶液に、氷冷下N, N-ジメチルホルムアミド0.1mlと塩化オキサリル1.5mlを加えた。室温にまで昇温し、2時間攪拌した後、減圧濃縮した。得られた残渣をメチレンクロライド3mlに溶解し、その溶液を氷冷下、4-ニトロアニリン690mg, ピリジン3ml及びメチレンクロライド3mlの混液に滴下した後、室温にまで昇温して3.5時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧濃縮した。得られた結晶性残渣をイソプロパノールから再結晶することにより、4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)ベンズアミド790mgを得た。

【0267】理化学的性状

質量分析値(m/z): 298 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.92 (6H, d), 1.91 (1H, m),

(25)

特開平5-163223

47

2. 56 (2H, d), 7. 2~7. 4 (2H, m), 7. 7~8. 0 (4H, m), 8. 1~8. 3 (3H, m)

【0268】参考例 119

参考例118と同様にして4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニルアセチル)アニリドを得た。

原料化合物：4-イソブチルアニリン

【0269】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 312 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準) 10

δ : 0. 83 (6H, d), 1. 78 (1H, m), 2. 38 (2H, d), 3. 82 (2H, s), 7. 07 (2H, d), 7. 48 (2H, d), 7. 61 (2H, d), 8. 20 (2H, d), 10. 19 (1H, s)

【0270】参考例 120

参考例118と同様にしてN-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチル-4-ニトロベンズアミドを得た。

原料化合物：4-イソブチル-N-メチルアニリン 20

【0271】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 327 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 84 (6H, d), 1. 6~2. 0 (1H, m), 2. 41 (2H, d), 2. 45 (3H, s), 3. 49 (3H, s), 6. 8~7. 3 (7H, m), 7. 72 (1H, d)

【0272】参考例 121

アルゴン気流下、N-(4-イソブチルフェニル)-4-ニトロフェニルアセトアミド620mgとテトラヒドロフラン6mlの溶液に、1M-ボラン-テトラヒドロフラン錯体テトラヒドロフラン溶液6mlを滴下し、室温で1日攪拌した。氷冷下メタノールと濃塩酸を順次加えて反応を止め、5規定水酸化ナトリウム水溶液で中和し、減圧濃縮した。得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル(6:1)の混液で溶出し、N-(4-ニトロフェニル)-4-イソブチルアニリン520mgを得た。 30

【0273】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 298 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 88 (6H, d), 1. 79 (1H, m), 2. 37 (2H, d), 3. 04 (2H, t), 3. 45 (3H, m), 6. 5~6. 6 (2H, m), 6. 9~7. 1 (2H, m), 7. 3~7. 5 (2H, m), 8. 1~8. 3 (2H, m)

【0274】参考例 122

参考例121と同様にしてN-(4-イソブチルベンジ 50

48

ル)-4-ニトロアニリンを得た。

原料化合物：4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)ベンズアミド

【0275】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 285 ($M+1$)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 90 (6H, d), 1. 85 (1H, m), 2. 47 (2H, d), 4. 37 (2H, d), 4. 84 (1H, m), 6. 5~6. 7 (2H, m), 7. 0~7. 4 (4H, m), 8. 0~8. 2 (2H, m)

【0276】参考例 123

N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン340mgとギ酸3mlの溶液に35%ホルムアルデヒド液3mlを加え、100℃に加熱し、45分間攪拌した。反応液を氷水に注ぎ、炭酸カリウムで中和した後、クロロホルムで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧下に留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル(9:1)の混液で溶出し、N-メチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン190mgを得た。

【0277】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 298 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 89 (6H, d), 1. 6~2. 0 (1H, m), 2. 37 (2H, d), 3. 01 (3H, s), 4. 56 (2H, s), 6. 69 (2H, dt), 7. 00 (2H, dt), 7. 40 (2H, d), 8. 16 (2H, dt)

【0278】参考例 124

参考例123と同様にしてN-(4-イソブチルベンジル)-N-メチル-4-ニトロアニリンを得た。

原料化合物：N-(4-イソブチルベンジル)-4-ニトロアニリン

【0279】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 299 ($M+1$)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 88 (6H, d), 1. 84 (1H, m), 2. 45 (2H, d), 3. 16 (3H, s), 4. 63 (2H, s), 6. 6~6. 8 (2H, m), 7. 0~7. 2 (4H, m), 8. 0~8. 2 (2H, m)

【0280】参考例 125

参考例123と同様にして4-イソブチル-N-メチル-N-(4-ニトロフェニル)アニリンを得た。

原料化合物：4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)アニリン

【0281】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 312 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 88 (6H, d), 1. 80 (1H, m),

(26)

特開平5-163223

49

2. 38 (2H, d), 2. 85 (3H, s), 2. 98 (2H, d), 3. 58 (2H, t), 6. 6~6. 8 (2H, m), 6. 9~7. 1 (2H, m), 7. 1~7. 3 (2H, m), 8. 1~8. 3 (2H, m)

【0282】参考例 126

アルゴン気流下、2-メチル-4-ニトロアニリン1. 52g, ピリジン6ml及びメチレンクロライド6mlの混合溶液に、氷冷下2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド2. 4gとメチレンクロライド6mlの溶液を滴下し、室温で16時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を1規定塩酸と飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮し、得られた結晶性残渣をエタノールから再結晶することにより、エチル 4-[2-[N-(2-メチル-4-ニトロフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート2. 92gを得た。

【0283】理化学的性状

質量分析値(m/z): 387 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDC1₃, TMS内部標準)

δ: 1. 23 (3H, t), 2. 1~2. 7 (7H, m), 4. 12 (2H, q), 4. 39 (2H, t), 7. 0~7. 3 (2H, m), 7. 4~7. 7 (1H, m), 8. 0~8. 4 (3H, m), 8. 5~8. 7 (1H, m), 9. 89 (1H, s)

【0284】参考例 127

アルゴン気流下、2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル)プロキシ]ニトロベンゼン1. 23gのエタノール(50ml)溶液に、酸化白金150mgを加え、水素置換した後、室温で3時間攪拌した。触媒を濾去し、濾液を減圧濃縮することにより2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル)プロキシ]アニリン1. 11gを得た。

【0285】理化学的性状

質量分析値(m/z): FAB (Pos.) 326 (M+1)⁺

137 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル(90MHz, CDC1₃, TMS内部標準)

δ: 0. 88 (6H, d), 0. 91 (3H, t), 1. 24~2. 10 (5H, m), 1. 70~2. 50 (2H, br), 2. 08 (3H, s), 2. 23 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 4. 91 (1H, d), 6. 37 (3H, s), 7. 05 (2H, d), 7. 22 (2H, d)

【0286】参考例 128

参考例127と同様にして4-イソブチルベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチルベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

50

【0287】理化学的性状

質量分析値(m/z): FAB 269 (M⁺) 154 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル(270MHz, CDC1₃, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 77~1. 91 (1H, m), 2. 05 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 3. 32~3. 52 (2H, br), 4. 98 (2H, s), 6. 68~6. 84 (3H, m), 7. 16 (2H, d), 7. 32 (2H, d)

【0288】参考例 129

参考例127と同様にして2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼン

【0289】理化学的性状

質量分析値(m/z): FAB 283 (M⁺)

136 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル(270MHz, CDC1₃, TMS内部標準)

δ: 0. 91 (6H, d), 1. 78~1. 94 (1H, m), 2. 12 (3H, s), 2. 23 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 3. 37 (2H, br s), 4. 95 (2H, s), 6. 53 (1H, d), 6. 70 (1H, d), 7. 16 (2H, d), 7. 36 (2H, d)

【0290】参考例 130

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシニトロベンゼン

【0291】理化学的性状

質量分析値(m/z): EI 269 (M⁺) 109 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル(100MHz, CDC1₃, TMS内部標準)

δ: 0. 86 (6H, d), 1. 55 (3H, d), 1. 64~2. 03 (1H, m), 2. 20~2. 52 (2H, br), 2. 43 (2H, d), 5. 12 (1H, q), 6. 52 (2H, d), 6. 70 (2H, d), 7. 07 (2H, d), 7. 25 (2H, d)

【0292】参考例 131

参考例127と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原料化合物: 4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼン

【0293】理化学的性状

質量分析値(m/z): EI 283 (M⁺) 109 (base peak)

50 核磁気共鳴スペクトル(100MHz, CDC1₃, TMS内部標準)

(27)

特開平5-163223

51

52

MS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 0.95 (3H, t),
1.64~2.05 (3H, m), 2.42 (2H,
d), 3.00~3.60 (2H, br), 4.83
(1H, t), 6.51 (2H, d), 6.68 (2
H, d), 7.06 (2H, d), 7.21 (2H,
d)

【0294】参考例 132

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- α -
メチル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。 10

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -メチル)ベン
ジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0295】理化学的性状

質量分析値 (m/z): EI 283 (M^+) 12
3 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, $CDCl_3$, T
MS内部標準)

δ : 0.87 (6H, d), 1.55 (3H, d),
1.64~2.00 (1H, m), 2.07 (3H,
s), 2.42 (2H, d), 3.96~4.64 (2
H, br), 5.12 (1H, q), 6.51~6.5
4 (2H, m), 6.62~6.64 (1H, m),
7.07 (2H, d), 7.26 (2H, d)

【0296】参考例 133

参考例127と同様にして4-(α -エチル-4-イソ
ブチル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-(α -エチル-4-イソブチル)ベン
ジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0297】理化学的性状

質量分析値 (m/z): EI 297 (M^+) 12 30
3 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, $CDCl_3$, T
MS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 0.95 (3H, t),
1.71~1.99 (1H, m), 2.06 (3H,
s), 2.43 (2H, d), 3.08~3.60 (2
H, br), 4.83 (1H, t), 6.49~6.5
1 (2H, m), 6.60~6.66 (1H, m),
7.06 (2H, d), 7.22 (2H, d)

【0298】参考例 134

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- α -
イソプロピル)ベンジルオキシアニリンを得た。 40

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -イソプロ
ピル)ベンジルオキシニトロベンゼン

【0299】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 297 (M^+) (ba
se peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TMS
内部標準)

δ : 0.86 (3H, d), 0.87 (6H, d), 50

1.04 (3H, d), 1.60~2.20 (2H,
m), 2.43 (2H, d), 4.60 (1H, d),
6.51 (2H, d), 6.67 (2H, d), 7.0
5 (2H, d), 7.20 (2H, d)

【0300】参考例 135

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- α -
イソプロピル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを
得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -イソプロ
ピル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0301】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 312 (M^+)'
189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, T
MS内部標準)

δ : 0.83 (3H, d), 0.84 (6H, d),
1.01 (3H, d), 1.68~2.16 (2H,
m), 2.04 (3H, s), 2.41 (2H, d),
3.10~3.30 (2H, br), 4.59 (1H,
d), 6.46~6.48 (2H, m), 6.57~
6.63 (1H, m), 7.03 (2H, d), 7.1
8 (2H, d)

【0302】参考例 136

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- α -
プロピル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得
た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -プロピル)ベ
ンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0303】理化学的性状

質量分析値 (m/z): EI 311 (M^+) 12
3 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, $CDCl_3$, TMS
内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 0.92 (3H, t),
1.13~2.04 (5H, m), 2.00~2.80
(2H, br), 2.08 (3H, s), 2.43 (2
H, d), 4.91 (1H, dd), 6.50~6.6
1 (3H, m), 7.06 (2H, d), 7.22 (2
H, d)

【0304】参考例 137

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- α -
プロピル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -プロピル)ベ
ンジルオキシニトロベンゼン

【0305】理化学的性状

質量分析値 (m/z): EI 297 (M^+) 10
9 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 0.92 (3H, t),
1.27~2.08 (7H, m), 2.42 (2H,

(28)	特開平5-163223
53	54
d), 4. 89 (1H, dd), 6. 52 (2H, d), 6. 68 (2H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 22 (2H, d)	δ: 0. 87 (6H, d), 0. 95 (3H, t), 1. 69~2. 10 (3H, m), 2. 07 (3H, s), 2. 23 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 4. 84 (1H, t), 6. 37 (2H, s), 7. 06 (2H, d), 7. 22 (2H, d), 2. 60~3. 20 (2H, br)
【0306】参考例 138	【0312】参考例 141
参考例27と同様にして4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。	参考例127と同様にして2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-イソプロピル)ベンジルオキシアニリンを得た。
原料化合物: 4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン	原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-イソプロピル)ベンジルオキシニトロベンゼン
【0307】理化学的性状	【0313】理化学的性状
質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 326 (M+1) ⁺	質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 326 (M+1) ⁺
123 (base peak)	189 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)	核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)
δ: 0. 84~1. 00 (12H, m), 1. 40~2. 10 (4H, m), 2. 07 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 2. 90~3. 30 (2H, br), 4. 97 (1H, dd), 6. 49 (1H, d), 6. 50 (1H, s), 6. 60 (1H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 23 (2H, d)	δ: 0. 87 (6H, d), 0. 91 (3H, d), 1. 02 (3H, d), 1. 75~1. 89 (1H, m), 2. 05~2. 18 (1H, m), 2. 08 (3H, s), 2. 26 (3H, s), 3. 24 (2H, br), 4. 71 (1H, d), 6. 35 (2H, s), 7. 07 (2H, d), 7. 18 (2H, d)
【0308】参考例 139	【0314】参考例 142
参考例127と同様にして4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。	参考例127と同様にして3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシアニリンを得た。
原料化合物: 4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼン	原料化合物: 3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシニトロベンゼン
【0309】理化学的性状	【0315】理化学的性状
質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 312 (M+1) ⁺	質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 298 (M+1) ⁺
147 (base peak)	161 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)	核磁気共鳴スペクトル (400MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)
δ: 0. 86 (6H, d), 0. 92 (3H, d), 0. 95 (3H, d), 1. 46~1. 57 (1H, m), 1. 78~1. 99 (3H, m), 2. 42 (2H, d), 3. 00~3. 60 (2H, br), 4. 98 (1H, dd), 6. 64 (2H, d), 6. 88 (2H, d), 7. 09 (2H, d), 7. 24 (2H, d)	δ: 0. 90 (6H, d), 1. 59 (3H, d), 1. 81~1. 91 (1H, m), 2. 02 (6H, s), 2. 46 (2H, d), 3. 38 (2H, br), 4. 77 (1H, q), 6. 31 (2H, s), 7. 10 (2H, d), 7. 27 (2H, q)
【0310】参考例 140	【0316】参考例 143
参考例127と同様にして2, 3-ジメチル-4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。	参考例127と同様にして4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2, 3-ジメチルアニリンを得た。
原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼン	原料化合物: 4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2, 3-ジメチルニトロベンゼン
【0311】理化学的性状	【0317】理化学的性状
質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 312 (M+1) ⁺	質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 340 (M+1) ⁺
137 (base peak)	
核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)	

(29)

特開平5-163223

55

56

147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.84~0.99 (12H, m), 1.33~2.10 (4H, m), 2.00~2.40 (2H, br), 2.07 (3H, s), 2.22 (3H, s), 2.42 (2H, d), 4.96 (1H, dd), 6.36 (2H, s), 7.05 (2H, d), 7.21 (2H, d)

【0318】参考例 144

参考例127と同様にして3,4-ビス-(4-イソブチル)ベンジロキシアニリンを得た。

原料化合物: 3,4-ビス-(4-イソブチル)ベンジロキシニトロベンゼン

【0319】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 418 (M+)⁺ 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 0.91 (6H, d), 1.78~1.92 (2H, m), 2.46 (2H, d), 2.49 (2H, d), 3.24~3.70 (2H, br), 5.02 (2H, s), 5.08 (2H, s), 6.23 (1H, dd), 6.39 (1H, d), 6.81 (1H, d), 7.13 (2H, d), 7.16 (2H, d), 7.34 (2H, d), 7.38 (2H, d)

【0320】参考例 145

参考例127と同様にして4-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]アニリンを得た。

原料化合物: N-メチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン

【0321】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 268 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.97 (6H, d), 1.6~2.0 (1H, m), 2.35 (2H, d), 2.88 (3H, s), 4.34 (2H, s), 6.5~6.8 (4H, m), 6.9~7.1 (4H, m)

【0322】参考例 146

参考例127と同様にして4-[4-(N-エチル-4-イソブチルアニリン)メチル]アニリンを得た。

原料化合物: N-メチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン

【0323】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 282 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 1.13 (3H, t), 1.6~2.0 (1H, m), 1.33 (2H, d), 3.38 (2H, q), 3.2~3.8 (2H, m), 4.35 (2H, s), 6.5~6.7 (4H, m),

6.9~7.2 (4H, m)

【0324】参考例 147

参考例127と同様にして4-[4-(N,4-ジイソブチルアニリン)メチル]アニリンを得た。

原料化合物: N-(4-ニトロベンジル)-N,4-ジイソブチルアニリン

【0325】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 310 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 0.94 (6H, d), 1.77 (1H, m), 2.10 (1H, m), 2.33 (2H, d), 3.14 (2H, d), 3.4~3.7 (2H, m), 4.45 (2H, s), 6.5~6.7 (4H, m), 6.8~7.1 (4H, m)

【0326】参考例 148

参考例127と同様にして4-[4-(4-イソブチル-N-プロピルアニリン)メチル]アニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-(4-ニトロベンジル)-N-プロピルアニリン

【0327】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 296 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.8~1.0 (9H, m), 1.5~2.0 (3H, m), 2.34 (2H, d), 3.27 (2H, d), 3.56 (2H, m), 4.39 (2H, s), 6.5~6.6 (4H, m), 6.8~7.1 (4H, m)

【0328】参考例 149

参考例127と同様にして4-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-メチル-N-(3-メチル-4-ニトロベンジル)アニリン

【0329】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 282 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 1.80 (1H, m), 2.14 (3H, s), 2.37 (2H, d), 2.91 (3H, s), 3.54 (2H, m), 4.35 (2H, s), 6.5~6.8 (3H, m), 6.8~7.1 (4H, m)

【0330】参考例 150

参考例127と同様にして3-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-メチル-N-(2-メチル-3-ニトロベンジル)アニリン

【0331】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 282 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

(30)

特開平5-163223

57

δ : 0.88 (6H, d), 1.79 (1H, m), 2.09 (3H, s), 3.36 (2H, d), 2.93 (3H, s), 3.60 (2H, m), 4.41 (2H, s), 6.5~6.7 (4H, m), 6.8~7.1 (3H, m)

【0332】参考例 151

参考例127と同様にしてN-(4-アミノフェニル)-4-イソブチル-N-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-メチル-N-(4-ニトロフェニル)アニリン

【0333】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 282 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.81 (1H, m), 2.38 (2H, d), 2.75 (2H, dd), 2.89 (3H, s), 3.46 (2H, dd), 3.8~4.2 (2H, m), 6.6~6.9 (4H, m), 6.9~7.2 (4H, m)

【0334】参考例 152

参考例127と同様にして4-アミノ-N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチルベンズアミドを得た。

原料化合物: N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチル-4-ニトロベンズアミド

【0335】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 297 ($M+1$)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 1.81 (1H, m), 1.98 (3H, s), 2.41 (2H, d), 3.2~3.7 (2H, m), 3.44 (3H, s), 6.3~6.6 (1H, d), 6.8~7.2 (6H, m)

【0336】参考例 153

参考例127と同様にしてN-(4-アミノフェニル)-4-イソブチルベンズアミドを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)ベンズアミド

【0337】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 268 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.90 (1H, m), 2.54 (2H, d), 3.5~3.9 (2H, m), 6.6~6.8 (2H, m), 7.1~7.5 (4H, m), 7.6~7.9 (3H, m)

【0338】参考例 154

参考例127と同様にして4-[N-(4-イソペンジル)-N-メチルアミノ]アニリンを得た。

原料化合物: N-(4-イソブチルベンジル)-N-メチル-4-ニトロアニリン

【0339】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 268 (M^+)

58

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.85 (1H, m), 2.45 (2H, d), 2.3~2.7 (2H, m), 2.83 (3H, s), 4.34 (2H, s), 6.67 (4H, s), 7.0~7.3 (4H, m)

【0340】参考例 155

参考例127と同様にしてエチル 4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

10 原料化合物: エチル 4-[2-[N-(2-メチル-4-ニトロフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0341】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 356 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.22 (3H, t), 2.0~2.6 (7H, m), 3.56 (2H, m), 4.11 (2H, q), 4.28 (2H, t), 6.5~6.7 (2H, m), 6.9~7.7 (4H, m), 8.27 (1H, d), 9.24 (1H, s)

【0342】参考例 156

3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]ニトロベンゼン320mg, メタノール3mlと1規定塩酸3mlの混合溶液に, 鉄粉100mgを加え, 50℃に加熱して1時間攪拌した。反応液を1規定水酸化ナトリウム水溶液で中和し, 不溶物を濾去し, 濾液を酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 溶媒を減圧留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し, ヘキサン: 酢酸エチル (5:1) の混液で溶出し, 3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]アニリン60mgを得た。

【0343】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 303 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 1.61 (3H, d), 1.70~2.0 (1H, m), 2.44 (2H, d), 3.25 (2H, s), 5.12 (1H, q), 6.34 (1H, dd), 6.59 (1H, d), 6.69 (1H, d), 7.0~7.4 (4H, m)

【0344】参考例 157

参考例156と同様にして5-プロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシシアンリンを得た。

原料化合物: 5-プロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシシベンゼン

【0345】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 378 ($M+1$), 161 (base peak)

50 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, 内部

(31)

特開平5-163223

59

60

標準)

δ : 0.88 (6H, d), 1.62 (3H, d),
1.79~1.96 (1H, m), 1.88 (3H,
s), 1.93 (3H, s), 2.46 (2H, d),
3.43 (2H, brs), 5.09 (1H, q),
6.80 (1H, s), 7.10 (2H, d), 7.3
1 (2H, d)

【0346】参考例 158

参考例156と同様にして4-(3,7-ジメチルオク
ト-2,6-ジエニルオキシ)アニリンを得た。

原料化合物: 4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-
ジエニルオキシ)ニトロベンゼン

【0347】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TM
S内部標準)

δ : 1.61 (3H, s), 1.68 (3H, s),
1.71 (3H, s), 2.08 (4H, brm),
4.47 (2H, d), 5.10 (1H, brm),
5.38~5.56 (1H, m), 6.78 (4H, b
rm)

【0348】参考例 159

参考例157と同様にして4-(3,7-ジメチルオク
ト-2,6-ジエニルオキシ)-2-メチルアニリン

原料化合物: 4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-
ジエニルオキシ)-2-メチルニトロベンゼン

【0349】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TM
S内部標準)

δ : 1.60 (3H, s), 1.68 (3H, s),
1.70 (3H, s), 2.08 (6H, brm),
2.23 (3H, s), 4.46 (2H, d), 5.0
0~5.18 (1H, m), 5.38~5.56 (1
H, m), 6.71 (3H, brm)

【0350】参考例 160

参考例157と同様にして2,3-ジメチル-4-
(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ)
アニリンを得た。

原料化合物: 2,3-ジメチル-4-(3,7-ジメチ
ルオクト-2,6-ジエニルオキシ)ニトロベンゼン

【0351】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 274
(M+1)⁺, 137 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, 内部
標準)

δ : 1.60 (3H, s), 1.70 (6H, s),
2.08 (7H, m), 2.18 (3H, s), 2.5
0 (2H, br), 4.45 (2H, d), 5.12
(1H, m), 5.51 (1H, t), 6.53 (1
H, d), 6.63 (1H, d)

【0352】参考例 161

10

20

30

40

50

参考例156と同様にして4-アミノ-*cis*-スチル
ベンを得た。

原料化合物: 4-ニトロ-*cis*-スチルベン

【0353】理化学的性状

質量分析値 (m/z): GC-MS 195 (M⁺,
basepeak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TM
S内部標準)

δ : 3.68 (2H, br), 6.45 (2H, s),
6.52 (2H, d), 7.07 (2H, d), 7.1
8~7.38 (5H, m)

【0354】参考例 162

参考例156と同様にして4-アミノ-*trans*-ス
チルベンを得た。

原料化合物: 4-ニトロ-*trans*-スチルベン

【0355】理化学的性状

質量分析値 (m/z): GC-MS 195 (M⁺,
basepeak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl₃, TM
S内部標準)

δ : 3.73 (2H, br), 6.54 (2H, d),
6.87 (1H, d), 7.07 (1H, d), 7.1
9~7.54 (7H, m)

【0356】参考例 163

参考例156と同様にして4-アミノ-4'-イソブ
ル-*trans*-スチルベンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-4'-ニトロ-*tran*
s-スチルベン

【0357】理化学的性状

質量分析値 (m/z): EI 251 (M⁺) 20
8 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl₃, T
MS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.72~2.06 (1
H, m), 2.45 (2H, d), 3.72 (2H, b
rs), 6.70 (2H, d), 6.84 (1H,
d), 7.03 (1H, d), 7.11 (2H, d),
7.32 (2H, d), 7.38 (2H, d)

【0358】参考例 164

参考例156と同様にして4-アミノ-4'-イソブ
ル-*cis*-スチルベンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-4'-ニトロ-*cis*-
スチルベン

【0359】理化学的性状

質量分析値 (m/z): EI 251 (M⁺) 20
8 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl₃, T
MS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.67~2.06 (1
H, m), 2.45 (2H, d), 3.67 (2H, b

(32)

特開平5-163223

61

r), 6.43 (2H, s), 6.54 (2H, d), 7.00 (2H, d), 7.10 (2H, d), 7.22 (2H, d)

【0360】参考例 165

4-アミノ-*o*-クレゾール370mg, 2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)安息香酸760mg, トリエチルアミン360mg及び1-ヒドロキシベンゾトリアゾール600mgとN,N-ジメチルホルムアミド10mlの溶液に, 1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カルボジイミド塩酸塩690mgを加え, 室温で3.5時間攪拌した。反応液に水を加え酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で順次洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 減圧濃縮した。得られた結晶性残渣をエタノールから再結晶することにより, エチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート560mgを得た。

【0361】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 358 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.23 (3H, t), 2.1~2.7 (7H, m), 4.14 (2H, q), 4.25 (2H, t), 6.29 (1H, s), 6.72 (1H, d), 6.9~7.6 (5H, m), 8.27 (1H, dd), 9.67 (1H, s)

【0362】参考例 166

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-アミノ-2,3-ジメチルフェノール 30

【0363】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 372 (M)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.22 (3H, t), 2.13 (3H, s), 2.20 (3H, s), 2.24 (2H, m), 2.51 (2H, t), 4.11 (2H, q), 4.28 (2H, t), 6.25 (1H, s), 6.51 (1H, s), 7.04 (1H, d), 7.1~7.2 (2H, m), 7.48 (1H, dt), 8.31 (1H, dd), 9.34 (1H, s)

【0364】参考例 167

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-2,5-ジメチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-アミノ-2,5-ジメチルフェノール

【0365】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 371 (M)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.21 (3H, t), 2.13 (3H, s), 2.16 (3H, s), 2.21~2.60 (4H, m), 4.11 (2H, q), 4.27 (2H, t), 6.45 (1H, s), 6.84 (1H, s), 6.9~7.59 (4H, m), 8.32 (1H, dd), 9.31 (1H, s)

62

m), 4.11 (2H, q), 4.27 (2H, t), 6.45 (1H, s), 6.84 (1H, s), 6.9~7.59 (4H, m), 8.32 (1H, dd), 9.31 (1H, s)

【0366】参考例 168

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-アミノフェノール

【0367】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 343 (M)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.24 (3H, t), 2.2~2.7 (4H, m), 4.15 (2H, q), 4.26 (2H, t), 6.6~7.6 (7H, m), 7.91 (1H, t), 8.24 (1H, dd), 9.92 (1H, s)

【0368】参考例 169

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-アミノ-2-メチルフェノール

【0369】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 358 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.22 (3H, t), 2.17 (3H, s), 2.2~2.6 (4H, m), 4.11 (2H, q), 4.30 (2H, t), 6.04 (1H, s), 6.5~6.9 (1H, d), 6.9~7.3 (3H, m), 7.3~7.6 (2H, m), 8.32 (1H, dd), 9.52 (1H, s)

【0370】参考例 170

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-4-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-アミノ-6-メチルフェノール

【0371】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 358 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.24 (3H, t), 2.21 (3H, s), 2.3~2.5 (2H, m), 2.5~2.7 (2H, m), 4.16 (2H, q), 4.26 (2H, t), 6.82 (1H, dd), 6.9~7.3 (4H, m), 7.48 (1H, dt), 8.28 (1H, dd), 9.88 (1H, s)

【0372】参考例 171

エチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート340mg, 1-(4-イソブチルフェニル)エチルプロマイド250mg及びテトラブチルアンモニウムプロマイド30mgと2-ブタノン8mlの溶液に, 炭酸カリ

(33)

特開平5-163223

63

ウム160mgを加え、20時間加熱還流した。室温にまで放冷した後、水を加え、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル(4:1)の混液で溶出することにより、エチル 4-[2-[N-[4-(イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-3-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート370mgを得た。

【0373】理化学的性状

質量分析値(m/z): 518 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 1.90 (6H, d), 1.22 (3H, t), 1.62 (3H, d), 1.85 (1H, m), 2.27 (2H, m), 2.32 (3H, s), 2.45 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.15 (2H, q), 4.25 (2H, t), 5.28 (1H, q), 6.70 (1H, d), 7.01 (1H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.2~7.4 (3H, m), 7.4~7.5 (2H, m), 8.28 (1H, d)

d), 9.64 (1H, s)

【0374】参考例 172

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-2,5-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-ヒドロキシ-2,5-ジメチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0375】理化学的性状

質量分析値(m/z): 532 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.20 (3H, t), 1.61 (3H, d), 1.85 (1H, m), 2.17 (3H, s), 2.19~2.22 (2H, m), 2.28 (3H, s), 2.46 (2H, q), 4.06~4.13 (2H, m), 4.26 (2H, t), 5.25 (1H, q), 6.56 (1H, s), 7.01 (1H, d), 7.09~7.12 (3H, m), 7.25~7.29 (2H, m), 7.42~7.47 (1H, m), 7.62 (1H, s), 8.28 (1H, d)

d), 9.24 (1H, s)

【0376】参考例 173

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[3-(ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0377】理化学的性状

質量分析値(m/z): 490 (M)⁺

64

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.22 (3H, t), 1.87 (1H, m), 2.30 (2H, m), 2.48 (2H, d), 2.57 (2H, t), 4.12 (2H, q), 4.27 (2H, t), 5.07 (2H, s), 6.75 (1H, dd), 7.01 (1H, d), 7.0~7.2 (4H, m), 7.2~7.3 (1H, m), 7.36 (2H, d), 7.47 (1H, dt), 7.63 (1H, s), 8.27 (1H, dd), 9.86 (1H, s)

【0378】参考例 174

参考例 171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0379】理化学的性状

質量分析値(m/z): 518 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.23 (3H, t), 1.62 (3H, d), 1.84 (1H, m), 2.24 (2H, m), 2.30 (3H, s), 2.44 (2H, d), 2.51 (2H, t), 4.12 (2H, q), 4.32 (2H, t), 5.29 (1H, q), 6.58 (1H, d), 7.0~7.2 (5H, m), 7.27 (2H, d), 7.48 (1H, dt), 7.58 (1H, d), 8.30 (1H, dd), 9.51 (1H, s)

【0380】参考例 175

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-4-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-4-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0381】理化学的性状

質量分析値(m/z): 518 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル(CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 1.23 (3H, t), 1.63 (3H, d), 1.84 (1H, m), 2.23 (2H, m), 2.26 (3H, s), 2.43 (2H, d), 2.52 (2H, t), 4.13 (2H, q), 4.23 (2H, t), 5.43 (1H, q), 6.93 (1H, d), 6.98 (1H, d), 7.0~7.2 (4H, m), 7.33 (2H, d), 7.45 (2H, m), 8.25 (1H, d), 9.68 (1H, s)

(34)

特開平5-163223

65

【0382】参考例 177

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-(2,3-ジメチル-4-(4, α -ジメチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物:エチル [[N-(2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート, 1-(4-メチルフェニル)エチルブロマイド

【0383】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 490 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.21 (3H, t), 1.62 (3H, d), 2.17~2.22 (2H, m), 2.22 (3H, s), 2.28 (3H, s), 2.32 (3H, s), *

元素分析値 (C₂₂H₂₈NO₂として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.25	7.59	2.71
実験値	74.24	7.37	2.74

【0386】参考例 179

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-(2,3-ジメチル-4-(4-エチル-2-メチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物:エチル [[N-(2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート, 1-(4-エチルフェニル)エチルブロマイド

【0387】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 504 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.21 (3H, t), 1.27 (3H, t), 1.62 (3H, d), 2.17~2.24 (2H, m), 2.22 (3H, s), 2.28 (3H, s), 2.49 (2H, t), 2.62 (2H, q), 4.10 (2H, q), 4.26 (2H, t), 5.26 (1H, q), 6.62 (1H, d), 7.01~7.48 (8H, m), 8.26 (1H, dd), 9.25 (1H, s)

【0388】参考例 180

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-(4-ベンズヒドリルアミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0389】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 522 (M^+)核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.21 (3H, t), 2.19 (5H, m),

66

*2.49 (2H, t), 4.09 (2H, q), 4.26 (2H, t), 5.25 (1H, q), 6.62 (1H, d), 7.01~7.47 (8H, m), 8.26 (1H, dd), 9.24 (1H, s)

【0384】参考例 178

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-(2,3-ジメチル-4-(4-プロピル-2-メチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

10 原料化合物:エチル [[N-(2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート, 1-(4-プロピルフェニル)エチルブロマイド

【0385】理化学的性状

融点 85~86°C

20 2.48 (2H, t), 4.10 (2H, q), 4.20 (1H, m), 4.25 (2H, t), 5.49 (1H, s), 6.42 (2H, m), 7.01 (1H, d), 7.10 (1H, t), 7.2~7.4 (10H, m), 7.44 (1H, dt), 7.52 (1H, d), 8.26 (1H, dd), 9.20 (1H, s)

【0390】参考例 181

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-(4-[ビス(4-プロピルフェニル)メチルアミノ]-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0391】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 606 (M^+)核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

30 δ : 0.93 (6H, t), 1.21 (3H, t), 1.61 (4H, m), 2.19 (5H, m), 2.48 (2H, t), 2.56 (4H, t), 4.10 (2H, q), 4.17 (1H, s), 4.25 (2H, t), 5.43 (1H, s), 6.41 (2H, m), 7.01 (1H, d), 7.09~7.13 (5H, m), 7.24 (4H, d), 7.44 (1H, dt), 7.51 (1H, d), 8.26 (1H, dd), 9.18 (1H, s)

【0392】参考例 182

参考例171と同様にしてエチル 4-[2-[N-(4-[N, N-ビス(4-イソブチルベンジル)アミノ]-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

50 原料化合物:エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-

(35)

特開平5-163223

67

2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0393】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 648 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.90 (12H, d), 1.21 (3H, t), 1.85 (2H, m), 2.1~2.3 (5H, m), 2.45 (4H, d), 2.49 (2H, t), 4.10 (2H, q), 4.26 (2H, t), 4.59 (4H, s), 6.62 (2H, m), 7.01 (1H, d), 7.07~7.16 (9H, m), 7.44 (1H, dt), 7.57 (1H, d), 8.28 (1H, dd), 9.22 (1H, s)

【0394】参考例 183

エチル [1-N-[2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート370mgとテトラヒドロフラン10mlの溶液に60%水素化ナトリウム40mgを加え室温で1時間攪拌した。反応液の溶媒を減圧下に除き、得られた残留物をN,N-ジメチルホルムアミド5mlに溶解した。この溶液を、1-(4-イソプロピルフェニル)エチルブロマイド250mgとN,N-ジメチルホルムアミド5mlの溶液に氷冷下に加え、室温で4時間攪拌した。反応液に酢酸エチル100mlを加え、水洗、飽和食塩水洗浄後、減圧濃縮し、得られた油状物を、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(シリカゲル50g使用)に付し、トルエン:酢酸エチル=9:1の混液で溶出して、エチル4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソプロピル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート150mgを得た。

【0395】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 518 ($M+1$)

核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 1.20 (3H, t), 1.23 (6H, d), 1.62 (3H, d), 2.20 (2H, t), 2.22 (3H, s), 2.28 (3H, s), 2.49 (2H, t), 2.88 (1H, quint), 4.09 (2H, q), 4.26 (2H, t), 5.27 (1H, q), 6.64 (1H, d), 7.01~7.47 (8H, m), 8.26 (1H, dd), 9.26 (1H, s)

【0396】参考例 184

4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-2,6-ジメチルニトロベンゼン510mgのエタノール25ml溶液に、酸化白金450mgを加え、水素雰囲気下、常圧室温で7時間攪拌した。不溶物をろ去し、ろ液の溶媒を減圧下留去し、残留物をトルエン25mlに溶解し、再度溶媒を減圧下留去し、組成の4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-2,6-ジ

68

メチルアニリンを得た。このものとトリエチルアミン0.33mlのメチレンクロライド10ml溶液に、2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)安息香酸470mg,より調製した組成の2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライドを、氷冷下に加え、室温で一晩攪拌した。反応液に酢酸エチル50mlを加え、水、1規定塩酸、飽和食塩水、飽和炭酸水素ナトリウム水溶液、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥後、溶媒を減圧下留去した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(4:1)の混液で溶出し、エチル4-[2-[N-[4-(4-イソブチル-2-メチルベンジルオキシ)-2,6-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート360mgを得た。

【0397】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 532 ($M+1$)

核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.20 (3H, t), 1.57~1.61 (5H, m), 1.85 (1H, m), 2.20 (6H, s), 2.44~2.49 (4H, m), 4.08 (2H, q), 4.24 (2H, t), 5.26 (1H, q), 6.64 (1H, s), 7.02 (1H, d), 7.09~7.12 (3H, m), 7.26~7.29 (2H, m), 7.44~7.48 (1H, m), 8.24 (1H, dd), 8.85 (1H, s)

【0398】参考例 185

参考例184と同様にしてエチル4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-2,3,5-トリメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)-2,3,5-トリメチルニトロベンゼン

【0399】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 546 ($M+1$)

核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.22 (3H, t), 1.59~1.62 (3H, m), 1.87 (1H, m), 2.09 (3H, s), 2.16 (3H, s), 2.17 (3H, s), 2.20~2.26 (2H, m), 2.47~2.52 (4H, m), 4.11 (2H, q), 4.29 (2H, t), 4.85 (1H, q), 7.04 (1H, d), 7.11~7.14 (3H, m), 7.31 (2H, d), 7.45~7.49 (2H, m), 8.30 (1H, dd), 9.35 (1H, s)

【0400】参考例 186

参考例184と同様にしてエチル4-[2-[N-[2-エチル-4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレ

(36)

特開平5-163223

69

70

トを得た。

原料化合物：3-エチル-4-ニトロ-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]ベンゼン

【0401】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 532 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 1.20 (6H, m), 1.62 (3H, d), 1.85 (1H, m), 2.20 (2H, m), 2.45 (4H, m), 2.60 (2H, q), 4.10 (2H, q), 4.27 (2H, t), 5.27 (1H, q), 6.72 (1H, d), 6.79 (1H, d), 7.01 (1H, d), 7.10 (3H, m), 7.27 (2H, m), 7.45 (1H, m), 7.64 (1H, d), 8.27 (1H, d), 9.26 (1H, s)

【0402】参考例 187

4-(4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン (214mg 0.79mmol), トリエチルアミン500 μ l, 塩化メチレン (又はテトラヒドロフラン) 2ml の溶液に室温中, 2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド (215mg

0.79mmol) の塩化メチレン (又はテトラヒドロフラン) 溶液500 μ lを加え, 20分間攪拌した。反応液を氷-1規定塩酸の中に注ぎ, 酢酸エチルで抽出した。抽出液を水, 飽和食塩水でそれぞれ洗浄し, 無水硫酸ナトリウムで乾燥した後, 減圧濃縮し, 残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し, ヘキサン:酢酸エチル (6:1) の混液で溶出し, 目的のエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート255mgを得た。

【0403】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 504 ($M+1$)⁺ 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.21 (3H, t), 1.78~1.93 (1H, m), 2.23 (2H, quint), 2.31 (s, 3H), 4.11 (2H, q), 4.29 (2H, t), 2.48 (2H, d), 2.49 (2H, t), 5.03 (2H, s), 6.85~6.89 (2H, m), 7.06 (1H, d), 7.14 (1H, t), 7.18 (2H, d), 7.36 (2H, d), 7.45~7.52 (1H, m), 7.82 (1H, d), 8.31 (1H, dd), 9.36 (1H, s)

【0404】参考例 188

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレ

トを得た。

原料化合物：2,3-ジメチル-4-(4-イソブチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0405】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 518 ($M+1$)⁺ 115 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.21 (3H, t), 1.79~1.92 (1H, m), 2.22 (2H, quint), 2.25 (3H, s), 2.26 (3H, s), 2.49 (2H, d), 2.50 (2H, t), 4.12 (2H, q), 4.29 (2H, t), 5.05 (2H, s), 6.86 (1H, d), 7.06 (1H, d), 7.14 (1H, t), 7.19 (2H, d), 7.37 (2H, d), 7.46~7.52 (1H, m), 7.53 (1H, d), 8.31 (1H, d), 9.34 (1H, s)

【0406】参考例 189

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート原料化合物：4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0407】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 504 ($M+1$)⁺

161 (base peak)

δ : 0.89 (6H, d), 1.22 (3H, t), 1.62 (3H, d), 1.79~1.90 (1H, m), 2.27 (2H, quint), 2.45 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.14 (2H, q), 4.26 (2H, t), 5.29 (1H, q), 6.89 (2H, d), 7.02 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.12 (1H, t), 7.26 (2H, d), 7.44~7.51 (1H, m), 7.53 (2H, d), 8.29 (1H, dd), 9.70 (1H, s)

【0408】参考例 190

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(α -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：4-(α -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0409】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 519

(37)

特開平5-163223

71

72

(M+D)⁺

343 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.99 (3H, t), 1.20 (3H, t), 1.78~1.92 (2H, m), 1.91~2.08 (1H, m), 2.26 (2H, quint), 2.44 (2H, d), 2.55 (2H, t), 4.13 (2H, q), 4.25 (2H, t), 4.98 (1H, t), 6.87 (2H, d), 7.00 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.12 (1H, t), 7.22 (2H, d), 7.43~7.52 (1H, m), 7.50 (2H, d), 8.27 (1H, dd), 9.67 (1H, s)

【0410】参考例 191

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0411】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 518 (M+1)⁺, 161 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 1.22 (3H, t), 1.63 (3H, d), 1.77~1.92 (1H, m), 2.20 (2H, quint), 2.25 (3H, s), 2.46 (2H, d), 2.48 (2H, t), 4.10 (2H, q), 4.28 (2H, t), 5.29 (1H, q), 6.74~6.80 (2H, m), 7.05 (1H, d), 7.14 (2H, d), 7.14 (1H, t), 7.27 (2H, d), 7.44~7.51 (1H, m), 7.73 (1H, d), 8.30 (1H, dd), 9.32 (1H, s)

【0412】参考例 192

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(α-エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(α-エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0413】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 532 (M+1)⁺

175 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

MS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 0.99 (3H, t), 1.20 (3H, t), 1.77~1.90 (2H, m), 1.92~2.07 (1H, m), 2.20 (2H, quint), 2.24 (3H, s), 2.46 (2H, t), 4.11 (2H, q), 4.28 (2H, t), 4.99 (1H, t), 6.73 (1H, d), 6.79 (1H, d), 7.05 (1H, d), 7.12 (2H, d), 7.14 (1H, t), 7.27 (2H, d), 7.45~7.51 (1H, m), 7.68 (1H, d), 8.29 (1H, dd), 9.29 (1H, s)

【0414】参考例 193

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-イソブチル-α-イソプロピルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。
原料化合物: 4-(4-イソブチル-α-イソプロピルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0415】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 532 (M+1)⁺

189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.88 (3H, d), 1.06 (3H, d), 1.22 (3H, t), 1.79~1.90 (1H, m), 2.05~2.21 (1H, m), 2.26 (2H, quint), 2.45 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.14 (2H, q), 4.26 (2H, t), 4.67 (1H, d), 6.86 (2H, d), 7.02 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.14 (1H, t), 7.24 (2H, d), 7.44~7.52 (1H, m), 7.49 (2H, d), 8.29 (1H, dd), 9.67 (1H, s)

【0416】参考例 194

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル-α-イソプロピルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル-α-イソプロピルベンジルオキシ)-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0417】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.)

546 (M+1)⁺ 189 (base peak)核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.87 (3H, d),

(38)

特開平5-163223

73

1. 05 (3H, d), 1. 20 (3H, t), 1. 78~1. 90 (1H, m), 2. 04~2. 11 (1H, m), 2. 20 (2H, quint), 2. 23 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 2. 49 (2H, t), 4. 11 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 4. 77 (1H, d), 6. 71 (1H, d), 6. 77 (1H, d), 7. 05 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 24 (2H, d), 7. 45~7. 52 (1H, m), 7. 66 (1H, d), 8. 30 (1H, dd), 9. 28 (1H, s)

【0418】参考例 195

実施例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-クロロ-4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]アニリン

【0419】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 538 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 87 (6H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 66 (3H, d), 1. 6~2. 0 (1H, m), 1. 6~2. 6 (6H, m), 4. 12 (2H, q), 4. 23 (2H, t), 5. 28 (1H, q), 6. 76 (1H, d), 6. 9~7. 6 (8H, m), 7. 78 (1H, d), 8. 22 (1H, dd), 9. 66 (1H, s)

【0420】参考例 196

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン, -2- β -エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0421】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 546 ($M+1$)

93 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ($270MHz$, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 88 (6H, d), 0. 94 (3H, t), 1. 20 (3H, t), 1. 36~1. 58 (2H, m), 1. 69~1. 89 (2H, m), 1. 90~2. 04 (1H, m), 2. 20 (2H, quint), 2. 23 (3H, s), 2. 45 (2H, t), 4. 10 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 06 (1H, dd), 6. 72 (1H, dd), 6. 77 (1H, d), 7. 04 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 24 (2H,

74

d), 7. 44~7. 52 (1H, m), 7. 67 (1H, d), 8. 29 (1H, dd), 9. 28 (1H, s)

【0422】参考例 197

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0423】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 532 ($M+1$)

147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ($270MHz$, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 87 (6H, d), 0. 94 (3H, t), 1. 21 (3H, t), 1. 33~1. 55 (2H, m), 1. 70~1. 89 (2H, m), 1. 90~2. 05 (1H, m), 2. 26 (2H, quint), 2. 43 (2H, d), 2. 55 (2H, t), 4. 13 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 5. 05 (1H, dd), 6. 86 (2H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 26 (2H, d), 7. 43~7. 51 (1H, m), 7. 49 (2H, d), 8. 27 (1H, dd), 9. 67 (1H, s)

【0424】参考例 198

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(α , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(α , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0425】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (pos.) CD_3OD 添加

561 ($M+D$)⁺ 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ($270MHz$, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0. 86 (6H, d), 0. 93 (3H, d), 0. 97 (3H, d), 1. 18 (3H, t), 1. 48~1. 59 (1H, m), 1. 78~2. 01 (3H, m), 2. 18 (2H, quint), 2. 22 (3H, s), 2. 42 (2H, d), 2. 46 (2H, t), 4. 09 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 5. 11 (1H, dd), 6. 71 (1H, d), 6. 76 (1H, d), 7. 03 (1H, d), 7. 10 (2H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 2

(39)

特開平5-163223

75

6 (2H, d), 7. 42~7. 50 (1H, m), 7. 66 (1H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 28 (1H, s)

【0426】参考例 199

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(α , 4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(α , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0427】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 546 (M+1)⁺, 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 87 (6H, d), 0. 94 (3H, d), 0. 98 (3H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 51~1. 60 (1H, m), 1. 78~2. 02 (3H, m), 2. 25 (2H, quint), 2. 43 (2H, d), 2. 54 (2H, t), 4. 13 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 5. 13 (1H, dd), 6. 86 (2H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 26 (2H, d), 7. 42~7. 51 (1H, m), 7. 49 (2H, d), 8. 27 (1H, dd), 9. 67 (1H, s)

【0428】参考例 200

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(α -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(α -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0429】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (pos.) CD₃ OD添加

547 (M+D)⁺, 175 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 88 (6H, d), 1. 00 (3H, t), 1. 20 (3H, t), 1. 79~2. 09 (3H, m), 2. 20 (2H, quint), 2. 23 (3H, s), 2. 31 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 2. 49 (2H, t), 4. 11 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 02 (1H, t), 6. 59 (1H, d), 7. 04 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 26 (2H, d), 7. 30 (1H, d), 7. 43~7. 51 (1

76

H, m), 8. 28 (1H, dd), 9. 26 (1H, s)

【0430】参考例 201

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -イソプロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -イソプロピルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0431】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) CD₃ OD添加

561 (M+D)⁺, 189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0. 87 (6H, d), 0. 94 (3H, d), 1. 04 (3H, d), 1. 20 (3H, t), 1. 76~1. 89 (1H, m), 2. 07~2. 23 (1H, m), 2. 20 (2H, quint), 2. 22 (3H, s), 2. 36 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 2. 48 (2H, t), 4. 10 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 4. 84 (1H, d), 6. 53 (1H, d), 7. 03 (1H, d), 7. 09 (2H, d), 7. 17 (1H, t), 7. 21 (2H, d), 7. 26 (1H, d), 7. 44~7. 51 (1H, m), 8. 27 (1H, dd), 9. 23 (1H, s)

【0432】参考例 202

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[5-プロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 5-プロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0433】参考例 203

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0434】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 532 (M+1)⁺, 161 (base peak)

(40)

特開平5-163223

77

核磁気共鳴スペクトル (400MHz, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.24 (3H, t), 1.63 (3H, d), 1.81~1.91 (1H, m), 2.13 (6H, s), 2.30 (2H, quint), 2.47 (2H, d), 2.58 (2H, t), 4.14 (2H, q), 4.27 (2H, t), 4.87 (1H, q), 7.01 (1H, d), 7.12 (2H, d), 7.13 (1H, t), 7.29 (2H, d), 7.29 (2H, s), 7.44~7.48 (1H, m), 8.27 (1H, dd), 9.67 (1H, s)

【0435】参考例 204

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(α , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2, 3-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(α , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2, 3-ジメチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0436】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) CD_3 C D添加

547 ($M+D$)⁺, 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 0.95 (3H, d), 0.99 (3H, d), 1.21 (3H, t), 1.55~1.64 (1H, m), 1.80~1.95 (2H, m), 1.95~2.12 (1H, m), 2.23 (2H, quint), 2.25 (3H, s), 2.33 (3H, s), 2.47 (2H, d), 2.53 (2H, t), 4.12 (2H, q), 4.27 (2H, t), 5.15 (1H, dd), 6.61 (1H, d), 7.04 (1H, d), 7.12 (2H, d), 7.13 (1H, t), 7.25 (2H, d), 7.32 (1H, d), 7.45~7.52 (1H, m), 8.33 (1H, dd), 9.31 (1H, s)

【0437】参考例 205

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2-メチル-4-(α , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-3, 5-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 2-メチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル)-3-メチルブトキシ]ニトロベンゼン

【0438】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 560 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 0.96 (6H, q), 1.20 (3H, t), 1.52~1.61 (1H,

78

m), 1.81~1.89 (1H, m), 1.92~2.00 (1H, m), 2.17~2.26 (2H, m), 2.23 (3H, s), 2.42~2.49 (4H, m), 4.09 (2H, q), 4.25 (2H, q), 5.10 (1H, q), 6.68~6.75 (2H, m), 7.01~7.29 (6H, m), 7.43~7.47 (1H, m), 7.64 (1H, d), 8.26 (1H, dd), 9.26 (1H, s)

【0439】参考例 206

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0440】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 480 ($M+1$)⁺, 154 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.23 (3H, t), 1.61 (3H, s), 1.68 (3H, s), 1.74 (3H, s), 1.97~2.16 (4H, m), 2.30 (2H, quint), 2.58 (2H, t), 4.16 (2H, q), 4.28 (2H, t), 4.55 (2H, d), 5.12 (1H, m), 5.52 (1H, t), 6.94 (2H, dd), 7.03 (1H, d), 7.15 (1H, t), 7.45~7.48 (1H, m), 7.61 (2H, d), 8.30 (1H, dd), 9.75 (1H, s)

【0441】参考例 207

参考例187と同様にして4-[2-[N-[4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

原料化合物: 4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0442】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 494 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.21 (3H, t), 1.61 (3H, s), 1.68 (3H, s), 1.74 (3H, s), 1.97~2.16 (4H, m), 2.23 (2H, quint), 2.31 (3H, s), 2.50 (2H, t), 4.12 (2H, q), 4.30 (2H, t), 4.5

	(41)	特開平5-163223
79		80
4 (2H, d), 5. 12 (1H, m), 5. 51 (1H, t), 6. 82 (2H, m), 7. 06 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 46~7. 53 (1H, m), 7. 81 (1H, d), 8. 32 (1H, d), 9. 36 (1H, s)		d), 7. 25 (2H, d), 7. 44~7. 62 (6H, m), 7. 83 (1H, d), 8. 40 (1H, d), 9. 90 (1H, s)
【0443】参考例 208		【0447】参考例 210
参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。		参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(2Z-フェニルエチニル)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。
原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニル)オキシアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド	10	原料化合物: 4-アミノ-cis-スチルベン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド
【0444】理化学的性状		【0448】理化学的性状
質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 508 (M+1) ⁺		質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 430 (M+1) ⁺
317 (base peak)		154 (base peak)
核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)		核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)
δ: 1. 22 (3H, t), 1. 61 (3H, s), 1. 70 (3H, s), 1. 73 (3H, s), 1. 98~2. 15 (4H, m), 2. 21 (3H, s), 2. 24 (3H, s), 2. 17~2. 27 (2H, m), 2. 52 (2H, t), 4. 13 (2H, q), 4. 29 (2H, t), 4. 55 (2H, d), 5. 12 (1H, m), 5. 52 (1H, t), 6. 79 (1H, d), 7. 06 (1H, d), 7. 16 (1H, t), 7. 46~7. 54 (2H, m), 8. 32 (1H, d), 9. 36 (1H, s)	20	δ: 1. 20 (3H, t), 2. 28 (2H, quin t), 2. 56 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 6. 58 (2H, s), 7. 02 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 19~7. 40 (7H, m), 7. 45~7. 53 (1H, m), 7. 56 (2H, d), 8. 30 (1H, d), 9. 87 (1H, s)
【0445】参考例 209		【0449】参考例 211
参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3, 4-ビス-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。		参考例187と同様にして, エチル 4-[2-[N-[4-(2E-フェニルエチニル)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。
原料化合物: 3, 4-ビス-(4-イソブチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド	30	原料化合物: 4-アミノ-trans-スチルベン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド
【0446】理化学的性状		【0450】理化学的性状
質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 653 (M+D) ⁺ CD ₃ OD添加	40	質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 430 [(M+1) ⁺ , (base peak)]
核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)		核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準)
δ: 0. 92 (12H, d), 1. 24 (3H, t), 1. 84~1. 95 (2H, m), 2. 31 (2H, quint), 2. 52 (2H, d), 2. 53 (2H, d), 2. 60 (2H, t), 4. 20 (2H, q), 4. 33 (2H, t), 5. 18 (2H, s), 5. 25 (2H, s), 7. 03 (1H, d), 7. 06 (1H, d), 7. 11 (1H, t), 7. 23 (2H,	50	δ: 1. 22 (3H, t), 2. 33 (2H, quin t), 2. 60 (2H, t), 4. 17 (2H, q), 4. 30 (2H, t), 7. 05 (1H, d), 7. 10 (2H, s), 7. 17 (1H, t), 7. 28 (1H, t), 7. 39 (2H, t), 7. 43~7. 56 (5H, m), 7. 73 (2H, d), 8. 32 (1H, dd), 9. 95 (1H, s)
		【0451】参考例 212
		参考例187と同様にして, エチル 4-[2-[N-[4-[2Z-(4-イソブチル)フェニル]エチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート]を得た。
		原料化合物: 4-アミノ-4'-イソブチル-cis-スチルベン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

(42)

特開平5-163223

81

【0452】理化学的性状

質量分析値 (m/z): EI 485 (M^+), 115 (base peak)核磁気共鳴スペクトル (500MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.90 (6H, d), 1.22 (3H, t), 1.90~1.94 (1H, m), 2.29 (2H, quint), 2.43 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.13 (2H, q), 4.27 (2H, t), 6.51 (1H, d), 6.54 (1H, d), 7.01 (2H, d), 7.01 (1H, d), 7.13 (1H, t), 7.20 (2H, d), 7.27 (2H, d), 7.45~7.49 (1H, m), 7.54 (2H, d), 8.27 (1H, dd), 9.84 (1H, s)

【0453】参考例 213

参考例187と同様にしてエチル 4-[2E-[N-[4-[2-(4-イソブチル)フェニル]エチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-[2E-(4-イソブチル)フェニル]エチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0454】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 486 ($M+1$), 115 (base peak)核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.92 (6H, d), 1.26 (3H, t), 1.83~1.95 (1H, m), 2.36 (2H, quint), 2.51 (2H, d), 2.64 (2H, t), 4.23 (2H, q), 4.37 (2H, t), 7.15 (1H, d), 7.18 (2H, s), 7.26 (2H, d), 7.28 (1H, t), 7.56 (2H, d), 7.50~7.58 (1H, m), 7.63 (2H, d), 7.82 (2H, d), 8.43 (1H, dd), 10.06 (1H, s)

【0455】参考例 214

2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチル)フェニル]ブトキシアニリン 1g, 2-(3-エトキシカルボニルプロピル)安息香酸 940mg, トリエチルアミン 410mg, 1-ヒドロキシベンゾトリアゾール 680mg 及び N, N-ジメチルホルムアミド 40ml の溶液に, 1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カルボジイミド塩酸塩 780mg を加え, 50℃に加熱して, 12時間攪拌した。反応液に水を加えて反応を止め, 酢酸エチルを加え, 水と飽和食塩水で洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し, ヘキサン:酢酸エチル (4:1) の混液で溶出し,

82

エチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 1.68g を得た。

【0456】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 0.95 (3H, t), 1.21 (3H, t), 1.35~1.51 (2H, m), 1.74~1.91 (2H, m), 1.96~2.10 (1H, m), 2.22 (2H, quint), 2.25 (3H, s), 2.32 (3H, s), 2.46 (2H, d), 2.52 (2H, t), 4.15 (2H, q), 4.31 (2H, t), 5.14 (1H, dd), 6.66 (1H, d), 7.09 (1H, d), 7.16 (2H, d), 7.17 (1H, t), 7.24 (2H, d), 7.30 (1H, d), 7.48~7.53 (1H, m), 8.33 (1H, m), 9.31 (1H, s)

20 【0457】参考例 215

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]アニリン

【0458】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 502 (M^+)核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 1.20 (3H, t), 1.77 (1H, m), 2.27 (2H, m), 2.35 (2H, d), 2.56 (2H, t), 2.96 (3H, s), 4.12 (2H, q), 4.26 (2H, t), 4.47 (2H, s), 6.71 (2H, d), 7.01 (3H, d), 7.13 (1H, t), 7.24 (2H, d), 7.47 (1H, dt), 7.63 (2H, d), 8.28 (1H, dd), 9.84 (1H, s)

【0459】参考例 216

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[4-(N-エチル-4-イソブチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-[4-(N-エチル-4-イソブチルアニリン)メチル]アニリン

【0460】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 516 ($M+1$)核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 1.1~1.3 (6H, m), 1.76 (1H, m), 2.27 (2H, t),

(43)

特開平5-163223

83

2. 33 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 2. 43 (2H, q), 4. 12 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 4. 46 (2H, s), 6. 65 (2H, d), 6. 97 (2H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 25 (2H, d), 7. 47 (1H, dt), 7. 62 (2H, d), 8. 28 (1H, dt), 9. 84 (1H, s)

【0461】参考例217

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[(N, 4-ジイソブチルアニリノ) メチル] フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: 4-[4-(N, 4-ジイソブチルアニリノ) メチル] アニリン

【0462】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 544 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 87 (6H, d), 0. 95 (6H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 77 (1H, m), 2. 12 (1H, m), 2. 28 (2H, m), 2. 33 (2H, d), 2. 56 (2H, d), 3. 18 (2H, d), 4. 11 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 4. 55 (2H, s), 6. 60 (2H, d), 6. 93 (2H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 18 (2H, d), 7. 46 (1H, dt), 7. 59 (2H, d), 8. 27 (1H, d), 9. 81 (1H, s)

【0463】参考例 218

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[(4-イソブチル-N-プロピルアニリノ) メチル] フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: 4-[(4-イソブチル-N-プロピルアニリノ) メチル] アニリン

【0464】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 530 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 88 (6H, d), 0. 92 (3H, t), 1. 21 (3H, t), 1. 66 (1H, m), 1. 77 (1H, m), 2. 28 (2H, m), 2. 35 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 3. 32 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 4. 50 (2H, s), 6. 61 (2H, d), 6. 95 (2H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 22 (2H, d), 7. 46 (1H, dt), 7. 61 (2H, d), 8. 27 (1H, dd)

【0465】参考例 219

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[(4-イソブチル-N-メチルアニリノ) メチル] -2-メチルフェニル] カルバモイル] フェノキシ

84

シ] ブチレートを得た。

原料化合物: 4-[(4-イソブチル-N-メチルアニリノ) メチル] -2-メチルアニリン

【0466】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 516 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 80 (1H, m), 2. 22 (2H, m), 2. 31 (3H, s), 2. 37 (2H, d), 2. 49 (2H, t), 2. 96 (3H, s), 4. 10 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 4. 44 (2H, s), 6. 71 (2H, d), 7. 00 (2H, d), 7. 05 (1H, d), 7. 13 (3H, m), 7. 48 (1H, t), 7. 96 (1H, d), 8. 30 (1H, d), 9. 47 (1H, s)

【0467】参考例 220

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-[(4-イソブチル-N-メチルアニリノ) メチル] -2-メチルフェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: 3-[(4-イソブチル-N-メチルアニリノ) メチル] -2-メチルアニリン

【0468】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 516 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 79 (1H, m), 2. 24 (2H, m), 2. 27 (3H, s), 3. 37 (2H, d), 2. 52 (2H, t), 2. 98 (3H, s), 4. 11 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 4. 46 (2H, s), 6. 65 (2H, d), 7. 00 (2H, d), 7. 06 (1H, m), 7. 1~7. 3 (3H, m), 7. 49 (1H, dt), 7. 72 (1H, d), 8. 31 (1H, dd), 9. 51 (1H, s)

【0469】参考例 221

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[2-(4-イソブチル-N-メチルアニリノ) エチル] フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: N-(4-アミノフェニル)-4-イソブチル-N-メチルアニリン

【0470】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 516 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 90 (6H, d), 1. 24 (3H, t), 1. 81 (1H, m), 2. 31 (2H, m), 2. 38 (2H, d), 2. 58 (2H, m), 2. 83 (2H, t), 2. 89 (3H, s), 3. 53 (2H, t), 4. 15 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 6. 68 (2H, d), 7. 02 (3H, m), 7. 1

(44)

特開平5-163223

85

4 (1H, t), 7. 20 (2H, d), 7. 47 (1H, dt), 7. 61 (2H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 82 (1H, s)

【0471】参考例 222

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチルカルバモイル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-アミノ-N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチルベンズアミド

【0472】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 531 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 85 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 80 (1H, m), 2. 1~2. 3 (2H, m), 2. 20 (3H, s), 2. 41 (2H, d), 2. 46 (2H, t), 2. 46 (3H, s), 4. 11 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 6. 9~7. 2 (8H, m), 7. 47 (1H, dt), 8. 05 (1H, d), 8. 25 (1H, dd), 9. 55 (1H, s)

【0473】参考例 223

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンズアミド)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: N-(4-アミノフェニル)-4-イソブチルベンズアミド

【0474】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 502 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 91 (6H, d), 1. 25 (3H, t), 1. 90 (1H, m), 2. 31 (2H, m), 2. 54 (2H, d), 2. 58 (2H, t), 4. 15 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 7. 01 (1H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 24 (2H, d), 7. 47 (1H, dt), 7. 6~7. 7 (4H, m), 7. 79 (2H, d), 7. 95 (1H, s), 8. 26 (1H, dd), 9. 87 (1H, s)

【0475】参考例 224

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-[N-(4-イソペンジル)-N-メチルアミノ]アニリン

【0476】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 502 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 23 (3H, t), 1. 84 (1H, m), 2. 28 (2H, m), 2. 44 (2H, d), 2. 56 (2H, m), 3. 00 (3

86

H, s), 4. 12 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 4. 49 (2H, s), 6. 77 (2H, m), 6. 99 (1H, d), 7. 0~7. 2 (5H, m), 7. 44 (1H, dt), 7. 52 (2H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 66 (1H, s)

【0477】参考例 225

参考例187と同様にしてt-ブチル N-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセチル]グリシネートを得た。

原料化合物: 2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ酢酸

【0478】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 44 (9H, s), 1. 87 (1H, m), 2. 49 (2H, d), 4. 01 (2H, d), 4. 76 (2H, s), 5. 04 (2H, s), 6. 9~7. 1 (4H, m), 7. 1~7. 4 (5H, m), 7. 49 (1H, dt), 7. 70 (2H, d), 8. 10 (1H, d), 9. 27 (1H, s)

【0479】参考例 226

参考例187と同様にしてベンジル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチロヒドロキサメートを得た。

原料化合物: 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸

【0480】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 637 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 88 (6H, d), 0. 94 (3H, t), 1. 39~1. 57 (2H, m), 1. 74~1. 86 (2H, m), 2. 01 (1H, m), 2. 15~2. 19 (7H, m), 2. 28 (3H, s), 2. 42 (2H, d), 4. 18 (2H, m), 4. 70 (2H, m), 5. 05 (1H, dd), 6. 55 (1H, d), 6. 97 (1H, d), 7. 08 (3H, m), 7. 21~7. 29 (8H, m), 7. 44 (1H, t), 8. 04 (1H, m), 8. 60 (1H, m)

【0481】参考例 227

アルゴン気流下、エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート370mgと4-イソブチルベンズアルデヒドのジクロロエタン7mlの溶液に、水素化トリアセトキシホウ素ナトリウム330mgと酢酸60mgを順次加え、室温で5時間攪拌した。反応液に水を加え減圧濃縮し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減

(45)

特開平5-163223

87

圧縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（3：1）の混液で溶出し、エチル 4-〔2-〔N-〔4-（4-イソブチルベンジル）アミノ-2-メチルフェニル〕カルバモイル〕フェノキシ〕ブチレート510mgを得た。

【0482】理化学的性状

質量分析値（ m/z ）：502（ M^+ ）

核磁気共鳴スペクトル（ $CDCl_3$ 、TMS内部標準）

δ ：0.90（6H, d）、1.22（3H, t）、1.85（1H, m）、2.21（2H, m）、2.25（3H, s）、2.45～2.51（4H, m）、4.11（2H, q）、4.27（4H, m）、6.55（2H, m）、7.02（1H, d）、7.09～7.13（3H, m）、7.26～7.29（2H, m）、7.45（1H, dt）、7.63（1H, d）、8.28（1H, dd）、9.25（1H, s）

【0483】参考例 228

参考例123と同様にしてエチル 4-〔2-〔N-〔4-〔N-（4-イソブチルベンジル）-N-メチルアミノ〕-2-メチルフェニル〕カルバモイル〕フェノキシ〕ブチレートを得た。

原料化合物：エチル 4-〔2-〔N-〔4-〔N-（4-イソブチルベンジル）アミノ〕-2-メチルフェニル〕カルバモイル〕フェノキシ〕ブチレート

【0484】理化学的性状

質量分析値（ m/z ）：516（ M^+ ）

核磁気共鳴スペクトル（ $CDCl_3$ 、TMS内部標準）

δ ：0.89（6H, d）、1.22（3H, t）、1.84（1H, m）、2.22（2H, m）、2.28（3H, s）、2.44～2.51（4H, m）、2.99（3H, s）、4.11（2H, q）、4.28（2H, t）、4.49（2H, s）、6.66（2H, m）、7.03（1H, d）、7.08～7.16（5H, m）、7.46（1H, t）、7.68（1H, m）、8.29（1H, dd）、9.28（1H, s）

【0485】参考例 229

参考例87と同様にして 4-（4-イソプロピルフェノキシ）ニトロベンゼンを得た。

原料化合物：4-イソプロピルフェノール、4-フルオロニトロベンゼン

【0486】理化学的性状

質量分析値（ m/z ）：258（ $M+1$ ）

核磁気共鳴スペクトル（ $CDCl_3$ 、TMS内部標準）

δ ：1.27（6H, d）、2.95（1H, m）、6.9～7.4（6H, m）、8.1～8.3（2H, m）

【0487】参考例 230

実施例87と同様にして 4-（4-ブチルフェノキ

88

シ）ニトロベンゼンを得た。

原料化合物：4-ブチルフェノール、4-フルオロニトロベンゼン

【0488】理化学的性状

質量分析値（ m/z ）：271（ M^+ ）

核磁気共鳴スペクトル（ $CDCl_3$ 、TMS内部標準）

δ ：0.95（3H, m）、1.1～1.8（4H, m）、2.64（2H, t）、6.8～7.3（6H, m）、8.0～8.3（2H, m）

【0489】参考例 231

参考例127と同様にして 4-（4-イソプロピルフェノキシ）アニリンを得た。

原料化合物：4-（4-イソプロピルフェノキシ）ニトロベンゼン

【0490】理化学的性状

質量分析値（ m/z ）：227（ M^+ ）

核磁気共鳴スペクトル（ $CDCl_3$ 、TMS内部標準）

δ ：1.22（6H, d）、2.87（1H, m）、3.37（2H, m）、6.6～7.3（8H, m）

【0491】参考例 232

参考例127と同様にして 4-（4-ブチルフェノキシ）アニリンを得た。原料化合物：4-（4-ブチルフェノキシ）ニトロベンゼン

【0492】理化学的性状

質量分析値（ m/z ）：241（ M^+ ）

核磁気共鳴スペクトル（ $CDCl_3$ 、TMS内部標準）

δ ：0.92（3H, m）、1.1～1.8（4H, m）、2.56（2H, t）、3.0～3.6（2H, m）、6.5～7.2（8H, m）

【0493】参考例 233

参考例214と同様にして エチル 4-〔2-〔N-〔4-（4-イソプロピルフェノキシ）フェニル〕カルバモイル〕フェノキシ〕ブチレートを得た。

原料化合物：4-（4-イソプロピルフェノキシ）アニリン

【0494】理化学的性状

質量分析値（ m/z ）：461（ M^+ ）

核磁気共鳴スペクトル（ $CDCl_3$ 、TMS内部標準）

δ ：1.2～1.3（9H, m）、2.30（2H, m）、2.57（2H, t）、2.90（1H, m）、4.13（2H, q）、4.28（2H, t）、6.93（2H, dd）、7.01（3H, m）、7.13（1H, t）、7.18（2H, d）、7.47（1H, dt）、7.64（2H, d）、8.28（1H, dd）、9.80（1H, s）

【0495】参考例 234

(46)

特開平5-163223

89

99

参考例214と同様にして エチル 4-[2-[N-[4-(4-ブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(4-ブチルフェノキシ)アニリン

[0496] 理化学的性状

質量分析値 (m/z): 475 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.93 (3H, t), 1.23 (3H, t), 1.36 (2H, m), 1.60 (2H, m), 2.30 (2H, m), 2.58 (4H, m), 4.13 (2H, q), 4.27 (2H, t), 6.91 (2H, m), 7.01 (3H, m), 7.14 (3H, m), 7.47 (1H, dt), 7.64 (2H, m), 8.28 (1H, dd), 9.81 (1H, s)

[0497] 実施例 1

元素分析値 ($C_{21}H_{23}NO_2$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.93	7.40	2.78
実験値	73.82	7.57	2.77

質量分析値 (m/z): 504 ($M+1$)⁺

赤外吸収スペクトル (KBr) cm^{-1} : 3600~2700 (br), 3400 (m), 2970 (s), 1716 (s), 1666 (s), 1604 (s), 1534 (s), 1258 (s), 1166 (s), 756 (s)

核磁気共鳴スペクトル ($DMSO-d_6$, TMS内部標準)

δ : 0.84 (6H, d), 1.55 (3H, d), 1.75~1.84 (1H, m), 2.00 (1H, q), 2.13 (3H, s), 2.20 (3H, s), 2.40 (2H, t), 2.41 (2H, d), 4.15 (2H, t), 5.42 (1H, q), 6.70 (1H, d), 7.02~7.08 (2H, m), *

元素分析値 ($C_{21}H_{23}NO_2$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	70.58	5.41	3.58
実験値	70.61	5.46	3.54

質量分析値 (m/z): 392 ($M+1$)⁺

赤外吸収スペクトル (KBr) cm^{-1} : 3335 (s), 3500~3000 (br), 1735 (s), 1650 (s), 1605 (s), 1560 (s), 1505 (s), 1490 (s), 1455 (s), 1410 (s), 1240 (s), 1175 (s), 745 (s)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 1.96~2.05 (2H, m), 2.42 (2H, t), 4.15 (2H, m), 6.99~7.20 (7H, m), 7.36~7.43 (2H, m), 7.★

元素分析値 ($C_{21}H_{23}NO_2$ として)

*エチル 4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 1.75g のテトラヒドロフラン (8ml) とメタノール (8ml) の混合溶液中に 1 規定水酸化ナトリウム水溶液 (8ml) を加え、室温下で 1.5 時間攪拌した。反応液に 1 規定塩酸 (8.5ml) を加え、エーテルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥後減圧濃縮した。残渣をヘキサン-エーテル混合液で再結晶し、4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸 1.36g を得た。

[0498] 理化学的性状

融点 140~141°C メチレンクロライド-ヘキサンより再結晶

*7.12 (2H, d), 7.16 (1H, d), 7.31 (2H, d), 7.46 (1H, t), 7.68 (1H, d), 9.47 (1H, s), 12.14 (1H, s)

[0499] 実施例 2

実施例1と同様にして 4-[o-[N-(p-フェノキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-[N-(p-フェノキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0500] 理化学的性状

融点 129~131°C エタノール-水から再結晶

★4.7~7.53 (1H, m), 7.64~7.67 (1H, m), 7.76 (2H, d), 10.12 (1H, s), 12.12 (1H, br)

[0501] 実施例 3

実施例1と同様にして 4-[o-[N-(p-ベンジルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-[N-(p-ベンジルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0502] 理化学的性状

融点 152~153°C エタノールから再結晶

7/27/2010

(48)

特開平5-163223

93

94

2.56~2.66 (4H, m), 3.65 (2H, t), 4.28 (2H, t), 7.02 (1H, d), 7.12~7.20 (3H, m), 7.44~7.51 (1H, m), 7.59 (2H, d), 8.25 (1H, dd), 9.68 (1H, s)

【0509】実施例 7

実施例1と同様にして4-[o-[N-[4-(3-メチルブトキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-[N-[4-(3-メチルブトキシ)-2-メチル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0510】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 400 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0.96 (6H, d), 1.66 (2H, q), *

元素分析値 (C₂₂H₂₂NO₃として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	68.55	7.06	3.63
実験値	68.45	7.18	3.57

質量分析値 (m/z): 386 ($M+1$)⁺

赤外線吸収スペクトル (KBr) cm^{-1} : 3410

(s), 2980 (s), 1715 (s), 1660 (s), 1615 (s), 1600 (s), 1530 (s), 1035 (s), 1005 (s), 760 (s)

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ : 0.98 (6H, s), 1.94~2.08 (3H, m), 2.26 (3H, s), 2.42 (2H, t), 3.74 (2H, d), 4.21 (3H, t), 6.78 (1H, dd), 6.86 (1H, d), 7.09 (1H, t), 7.21 (1H, d), 7.49 *

元素分析値 (C₂₂H₂₂NO₃として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	68.55	7.06	3.63
実験値	68.30	7.08	3.78

質量分析値 (m/z): 386 ($M+1$)⁺

赤外線吸収スペクトル (KBr) cm^{-1} : 3385

(s), 2970 (s), 1705 (s), 1655 (s), 1535 (s), 1515 (s), 1245 (s), 825 (s), 750 (s)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0.96 (6H, d), 1.55~1.92 (3H, m), 2.22~2.42 (2H, m), 2.55~2.70 (2H, m), 3.97 (2H, t), 4.27 (2H, t), 6.88 (2H, d), 6.97~7.21 (2H, m), 7.37~7.54 (1H, m), 7.59 (2H, d), 8.25 (1H, d), 9.65 (1H, s)

* 1.73~1.90 (1H, m), 2.22 (2H, quint), 2.30 (3H, s), 2.55 (2H, t), 3.98 (2H, t), 4.30 (2H, t), 6.76~6.80 (2H, m), 7.05 (1H, d), 7.14 (1H, t), 7.45~7.52 (1H, m), 7.75 (1H, d), 8.28 (1H, d), 9.29 (1H, s)

【0511】実施例 8

実施例1と同様にして4-[o-[N-[4-(イソブトキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-[N-[4-(イソブトキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0512】理化学的性状

融点 106~108℃ エーテルから再結晶

* (1H, d), 7.48~7.54 (1H, m), 7.79 (1H, dd), 9.52 (1H, s), 12.16 (1H, s)

【0513】実施例 9

実施例1と同様にして4-[o-[N-[p-(3-メチルブトキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-[N-[p-(3-メチルブトキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0514】理化学的性状

融点 113~116℃ ヘキサン-メチレンクロライドより再結晶

【0515】実施例 10

エチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メチルフェノキシ]ブチレート100mgのエタノール1.2ml溶液に、ジオキサン0.4mlと5規定の水酸化ナトリウム水溶液1.6mlを加え50℃にまで昇温して20分間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、10%塩酸で液性をpH6以下に調整した後、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた結晶性残渣を水性エタノールから再結晶することにより、4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メチルフェノキシ]ブタン酸70mgを

(49)

特開平5-163223

95

96

得た。

*融点

121~122℃

【0516】理化学的性状

*

元素分析値 (C₂₁H₂₂NO₂として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.24	6.99	2.95
実験値	73.18	6.98	2.83

質量分析値 (m/z): 476 (M+1)⁺

※1 (1H, s)

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

【0517】実施例 11

実施例10と同様にして4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブチレート

【0518】理化学的性状

融点 152~153℃

元素分析値 (C₂₁H₂₂NO₂として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.44	7.34	2.81

質量分析値 (m/z): 489 (M⁺)

原料化合物: エチル [o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセテート

【0522】理化学的性状

融点 151~152℃

質量分析値 (m/z): 434 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.90 (6H, d), 1.95 (1H, m), 2.47 (2H, d), 4.79 (2H, s), 4.98 (2H, s), 6.9~7.0 (3H, m), 7.1~7.2 (3H, m), 7.32 (2H, d), 7.47 (1H, t), 7.75 (2H, d), 8.26 (1H, d), 10.1 (1H, s)

【0523】実施例 14

実施例10と同様にして[m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]酢酸を得た。

原料化合物: エチル [m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセテート

【0524】理化学的性状

融点 214~215℃

質量分析値 (m/z): 434 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 2.45 (2H, d), 4.78 (2H, s), 5.06 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.3~7.5 (4H, m), 7.57 (1H, d), 7.67 (2H, d), 10.09

95

96

得た。

*融点

121~122℃

【0516】理化学的性状

*

元素分析値 (C₂₁H₂₂NO₂として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.24	6.99	2.95
実験値	73.18	6.98	2.83

質量分析値 (m/z): 476 (M+1)⁺

※1 (1H, s)

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

【0517】実施例 11

実施例10と同様にして4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブチレート

【0518】理化学的性状

融点 152~153℃

元素分析値 (C₂₁H₂₂NO₂として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.44	7.34	2.81

質量分析値 (m/z): 489 (M⁺)

原料化合物: エチル [o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセテート

【0522】理化学的性状

融点 151~152℃

質量分析値 (m/z): 434 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.90 (6H, d), 1.95 (1H, m), 2.47 (2H, d), 4.79 (2H, s), 4.98 (2H, s), 6.9~7.0 (3H, m), 7.1~7.2 (3H, m), 7.32 (2H, d), 7.47 (1H, t), 7.75 (2H, d), 8.26 (1H, d), 10.1 (1H, s)

【0523】実施例 14

実施例10と同様にして[m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]酢酸を得た。

原料化合物: エチル [m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセテート

【0524】理化学的性状

融点 214~215℃

質量分析値 (m/z): 434 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 2.45 (2H, d), 4.78 (2H, s), 5.06 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.3~7.5 (4H, m), 7.57 (1H, d), 7.67 (2H, d), 10.09

(50)

特開平5-163223

97

98

(1H, s)

【0525】実施例 15

実施例10と同様にして4-[m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

元素分析値 (C₂₈H₃₈NO₃・0.2H₂Oとして)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.30	6.80	3.01
実験値	72.22	6.74	3.03

質量分析値 (m/z): 462 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.97 (2H, m), 1.4~1.5 (4H, m), 4.07 (2H, t), 5.05 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.3~7.6 (5H, m), 7.68 (2H, d), 12.2 (1H, s)

元素分析値 (C₂₈H₃₈NO₃・C1として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	67.80	6.10	2.82
実験値	68.05	6.21	2.67

質量分析値 (m/z): 496 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.98 (2H, m), 2.39 (2H, t), 2.45 (2H, d), 4.13 (2H, t), 5.05 (2H, s), 7.00 (2H, d), 7.1~7.3 (3H, m), 7.37 (2H, d), 7.53 (1H, d), 7.6 (3H, m), 10.02 (1H, s), 12.12 (1H, s)

元素分析値 (C₂₈H₃₈NO₃・0.2H₂Oとして)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	70.34	6.80	2.83
実験値	70.42	6.82	2.66

質量分析値 (m/z): 492 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル (D₂O, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.99 (2H, m), 2.40 (2H, t), 2.45 (2H, d), 3.75 (3H, s), 4.08 (2H, t), 5.04 (2H, s), 6.98 (2H, d), 7.05 (1H, dd), 7.10 (1H, d), 7.17 (2H, d), 7.24 (1H, d), 7.35 (2H, d), 7.63 (2H, dd), 10.00 (1H, s), 12.13 (1H, m)

元素分析値 (C₂₈H₃₈NO₃・Fとして)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	70.13	6.31	2.92
実験値	69.73	6.40	2.94

*原料化合物: エチル 4-[m-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0526】理化学的性状

* 融点 169~170℃

10※【0527】実施例 16

実施例10と同様にして4-[4-クロロ-2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[4-クロロ-2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0528】理化学的性状

* 融点 140~142℃

★【0529】実施例 17

実施例10と同様にして4-[2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メトキシフェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メトキシフェノキシ]ブチレート

【0530】理化学的性状

融点 103~105℃

☆【0531】実施例 18

実施例10と同様にして4-[4-フルオロ-2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[4-フルオロ-2-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0532】理化学的性状

融点 144~145℃

(51)

特開平5-163223

99

100

質量分析値 (m/z): 480 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル (DMSO- d_6 , TMS内部標準)

δ : 0.87 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.98 (2H, m), 2.40 (2H, t), 2.46 (2H, d), 4.12 (2H, t), 5.06 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.3~7.4 (3H, m), 7.46 (1H, dd), 7.63 (2H, d), 10.0 (1H, s), 12.1 (1H, m)

【0533】実施例 19

4-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)-5-ベンズアニリドを原料として参考例33に従いエチル 4-[p-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートとし次いで実施例10と同様にして 4-[p-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

【0534】理化学的性状

融点 228~230°C

質量分析値 (m/z): 462 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル (DMSO- d_6 , TMS内部標準)元素分析値 ($C_{25}H_{28}NO_5$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.86	6.77	3.03
実験値	72.62	6.86	2.84

【0537】実施例 21

エチル 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート2.95g, ジオキサラン12mlとエタノール35mlの混合溶液に、5規定水酸化ナトリウム水溶液 44mlを加え、40°Cに加熱して1.5時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣を10%塩酸でpH<5に調整し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄※

元素分析値 ($C_{25}H_{28}NO_5$ として)

	C%	H%	N%
理論値	74.55	7.77	2.63
実験値	74.58	7.91	2.62

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 532 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO- d_6 , TMS内部標準)

δ : 0.83 (6H, d), 0.89 (3H, t), 2.39 (2H, t), 1.30~1.49 (2H, m), 1.71~1.86 (2H, m), 1.89~1.98 (1H, m), 2.02 (2H, Quin t), 2.13 (3H, s), 2.21 (3H, s), 2.39 (2H, t), 2.40 (2H, d), 4.1

* 準)

δ : 0.87 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.97 (2H, m), 2.4~2.5 (4H, m), 4.08 (2H, t), 5.05 (2H, s), 7.00 (2H, d), 7.06 (2H, d), 7.19 (2H, d), 7.37 (2H, d), 7.67 (2H, d), 7.95 (2H, d), 9.95 (1H, s), 12.15 (1H, s)

【0535】実施例 20

10 エチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート430mgとメタノール3mlとテトラヒドロフラン1.5mlの溶液に2規定水酸化ナトリウム水溶液1.5mlを加え、室温下1時間攪拌した。反応液に2規定塩酸3mlを加え酸性となし、エーテルで抽出した。抽出液を水、飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧濃縮した。残渣をエタノール-水により再結晶し、4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸310mgを得た。

【0536】理化学的性状

融点 132~135°C

※後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧下濃縮し、得られた結晶性残渣をジエチルエーテルとヘキサンの混合液中に再結晶し、4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸 1.9gを得た。

【0538】理化学的性状

融点 120~123°C (ヘキサン-Et₂O)

5 (2H, t), 5.25 (1H, t), 6.62 (1H, d), 7.02 (1H, d), 7.03 (1H, t), 7.11 (2H, d), 7.16 (1H, d), 7.28 (2H, d), 7.43~7.48 (1H, m), 7.68 (1H, dd), 9.46 (1H, s), 12.15 (1H, br)

【0539】実施例 22

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

		(52)	特開平5-163223
101			102
原料化合物: エチル 4-[2-[N-(4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート		*【0540】理化学的性状 融点 84~86℃ (ヘキサン-Et ₂ O)	
元素分析値 (C ₂₂ H ₂₈ NO ₂) として		*【0541】実施例 23 実施例 21と同様にして4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。 原料化合物: エチル 4-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 【0542】理化学的性状 融点 92~94℃ (ヘキサン-Et ₂ O)	
理論値 73.24 実験値 73.07		C (%) H (%) N (%) 理論値 73.24 6.99 2.95 実験値 73.07 6.97 2.94	
質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 476 (M+1) ⁺ 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準) δ: 0.90 (6H, d), 1.78~1.94 (1H, m), 2.22 (2H, quint), 2.29 (3H, s), 2.48 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.30 (2H, t), 5.02 (3H, s), 6.84~6.98 (2H, m), 7.05 (1H, d), 7.14 (1H, t), 7.18 (2H, d), 7.37 (2H, d), 7.45~7.52 (1H, m)		※H, m), 7.79 (1H, d), 8.29 (1H, d), 9.31 (1H, s) 【0541】実施例 23 実施例 21と同様にして4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。 原料化合物: エチル 4-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 【0542】理化学的性状 融点 92~94℃ (ヘキサン-Et ₂ O)	
元素分析値 (C ₂₂ H ₂₈ NO ₂) として		C (%) H (%) N (%) 理論値 73.60 7.21 2.86 実験値 73.33 7.21 2.87	
質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 490 (M+1) ⁺ 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準) δ: 0.90 (6H, d), 1.86 (1H, m), 2.22 (2H, quint), 2.23 (3H, s), 2.24 (3H, s), 2.48 (2H, d), 2.55 (2H, t), 4.29 (2H, t), 5.04 (2H, s), 6.84 (1H, d), 7.04 (1H, d), 7.14 (1H, t), 7.17 (2H, d), 7.37 (2H, d), 7.44~7.52 (1H, m), 7.49 (1H, d), 8.28 (1H, d), 9.27 (1H, s)		d), 4.12 (2H, t), 5.43 (1H, q), 6.87 (2H, d), 7.05 (1H, t), 7.13 (2H, d), 7.16 (1H, d), 7.32 (2H, d), 7.47 (1H, t), 7.54 (2H, d), 7.64 (1H, d), 9.91 (1H, s) 【0545】実施例 25 実施例 21と同様にして4-[2-[N-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。 原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 【0546】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 490 (M+1) ⁺ , 175. (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (400MHz, CDCl ₃ , TMS内部標準) δ: 0.87 (6H, d), 0.98 (3H, t), 1.79~1.90 (2H, m), 1.94~2.02 (1H, m), 2.24 (2H, quint), 2.42 (2H, d), 2.58 (2H, t), 4.22 (2H, t), 4.96 (1H, t), 6.84 (2H, d), 6.96 (1H, d), 7.08 (2H, d), 7.09 (1H, t), 7.23 (2H, d), 7.43 (1H, t), 7.45 (2H, d), 8.22 (1H, d), 9.60 (1H, s) H of CDCl ₃ was detected with the solvent 【0547】実施例 26	
【0543】実施例 24 実施例 21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル)-α-メチル]ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。 原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 【0544】理化学的性状 質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 476 (M+1) ⁺ , 161. (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d ₆ , TMS内部標準) δ: 0.82 (6H, d), 1.51 (3H, d), 1.71~1.90 (1H, m), 1.97 (2H, quint), 2.39 (2H, t), 2.40 (2H, s)		40 40 50	

(53)

特開平5-163223

103

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0548】理化学的性状

質量分析値(m/z): FAB(Pos.) 490 (M+1)⁺, 161. (base peak)

核磁気共鳴スペクトル(400MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.61 (3H, d), 1.77~1.89 (1H, m), 2.21 (1H, quint), 2.24 (3H, s), 2.44 (2H, d), 2.53 (2H, t), 4.27 (2H, t), 4.56 (1H, q), 6.72 (1H, dd), 6.77 (1H, d), 7.01 (1H, d), 7.10 (2H, d), 7.11 (1H, t), 7.27 (2H, d), 7.46 (1H, t), 8.24 (1H, d), 9.19 (1H, s)

【0549】実施例 27

実施例21と同様にして4-[2-[N-[4-(α -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[4-(α -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0550】理化学的性状

質量分析値(m/z): FAB(Pos.) 504 (M+1)⁺, 175. (base peak)

核磁気共鳴スペクトル(400MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 0.98 (3H, t), 1.81~1.90 (2H, m), 1.93~2.02 (1H, m), 2.20 (2H, quint), 2.22 (3H, s), 2.43 (2H, d), 2.53 (2H, t), 4.27 (2H, t), 4.96 (1H, dd), 6.70 (1H, dd), 6.76 (1H, d), 7.01 (1H, d), 7.09 (2H, d), 7.10 (1H, t), 7.24 (2H, d), 7.43~7.47 (1H, m), 8.23 (1H, dd), 9.17 (1H, s)

【0551】実施例 28

実施例21と同様にして4-[2-[N-[4-(イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ]-3-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[4-(イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ]-3-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

104

【0552】理化学的性状

質量分析値(m/z): FAB(Pos.) 490 (M⁺), 核磁気共鳴スペクトル(CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 1.89 (6H, d), 1.61 (3H, d), 1.84 (1H, m), 2.27 (2H, m), 2.31 (3H, s), 2.45 (2H, d), 2.62 (2H, t), 4.26 (2H, t), 5.47 (1H, q), 6.70 (1H, d), 7.00 (1H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.2~7.4 (3H, m), 7.43 (1H, s), 7.47 (1H, d), 8.26 (1H, dd), 9.58 (1H, s)

【0553】実施例 29

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- α -イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- α -イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]

【0554】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0.87 (6H, d), 0.88 (3H, d), 1.05 (3H, d), 1.77~1.91 (1H, m), 2.04~2.16 (1H, m), 2.21~2.23 (2H, m), 2.44 (2H, d), 2.60 (2H, t), 4.26 (2H, t), 4.77 (1H, d), 6.85 (2H, d), 7.01 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.14 (1H, t), 7.23 (2H, d), 7.47 (2H, d), 7.44~7.52 (1H, m), 8.25 (1H, dd), 9.60 (1H, s)

【0555】実施例 30

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- α -イソプロピル)ベンジルオキシフェノキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- α -イソプロピル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0556】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 0.86 (3H, d), 1.04 (3H, d), 1.76~1.90 (1H, m), 2.04~2.14 (1H, m), 2.19 (2H, quint), 2.22 (3H, s), 2.44 (2H, d), 2.52 (2H, t), 4.28 (2H, t), 4.67 (1H, d), 4.67 (1H, d), 6.77 (1H, dd), 6.77 (1H,

(54)

特開平5-163223

105

d), 7.03 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.13 (1H, t), 7.23 (2H, d), 7.44~7.51 (1H, m), 7.63 (1H, d), 8.26 (1H, dd), 9.22 (1H, s)

【0557】実施例 31

実施例21と同様にして4-[2-[N-(3-クロロ-4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-(3-クロロ-4-(4-イソブチル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸

【0558】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 510 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.87 (6H, d), 1.65 (3H, q), 6.78 (1H, d), 1.83 (1H, m), 2.26 (2H, m), 2.44 (2H, d), 2.60 (2H, m)

元素分析値 ($C_{22}H_{28}NO_4$)

	C (%)
理論値	74.25
実験値	74.25

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 0.95 (3H, t), 1.32~1.58 (2H, m), 1.69~1.88 (2H, m), 1.88~2.02 (1H, m), 2.18 (2H, qu), 2.22 (3H, s), 2.43 (2H, d), 2.52 (2H, t), 4.27 (2H, t), 5.05 (1H, dd), 6.71 (1H, dd), 6.77 (1H, d), 7.02 (1H, d), 7.10 (2H, d), 7.26 (2H, d), 7.44~7.50 (1H, m), 7.64 (1H, d), 8.26 (1H, dd), 9.23 (1H, s)

【0561】実施例 33

実施例21と同様にして4-[2-[N-[5-ブromo-2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[5-ブromo-2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0562】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 584 (M^+)

元素分析値 ($C_{24}H_{32}NO_4$)

	C (%)
理論値	73.93
実験値	73.93

質量分析値 (m/z): EI 504 ($M+1$)

106

*H, t), 4.25 (2H, t), 5.29 (1H, q), 6.78 (1H, d), 7.00 (1H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.1~7.2 (3H, m), 7.2~7.4 (3H, m), 7.00 (1H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.2~7.4 (3H, s), 7.2~7.4 (3H, m), 7.46 (1H, t), 7.75 (1H, d), 8.23 (1H, dd), 9.67 (1H, s)

【0559】実施例 32

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- α -プロピル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-(4-イソブチル- α -プロピル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]ブチレート]

【0560】理化学的性状

融点 amorphous crystal

	H (%)	N (%)
理論値	7.59	2.71
実験値	7.69	2.66

* ($M+1$)

161 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.65 (3H, d), 1.77~1.92 (1H, m), 1.93 (3H, s), 2.09 (3H, s), 2.22 (2H, qu), 2.47 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.30 (2H, t), 5.21 (1H, q), 7.05 (1H, d), 7.13 (2H, d), 7.15 (1H, t), 7.36 (2H, d), 7.46~7.53 (1H, m), 7.97 (1H, s), 8.29 (1H, dd)

【0563】実施例 34

実施例21と同様にして4-[2-[N-[3,5-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[3,5-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -メチル)ベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0564】理化学的性状

融点 97~98°C hexane-Et₂O

	H (%)	N (%)
理論値	7.40	2.78
実験値	7.45	2.76

50 核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-

(55)

特開平5-163223

107

108

d₆, TMS内部標準)

δ: 0.86 (6H, d), 1.55 (3H, d),
1.83 (1H, sept), 1.99~2.07 (2
H, m), 2.03 (6H, s), 2.41~2.46
(4H, m), 4.14 (2H, t), 4.88 (1
H, q), 7.06 (1H, t), 7.10~7.17
(3H, m), 7.30 (2H, d), 7.32 (2
H, s), 7.47 (1H, t), 7.65 (1H,
d), 9.87 (1H, s), 12.14 (1H, br
s)

【0565】実施例 35

元素分析値 (C₂₁H₂₃NO₂)

	C (%)
理論値	74.83
実験値	74.94

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 546

(M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-

d₆, TMS内部標準)

δ: 0.83 (6H, d), 0.91 (3H, d),
0.96 (3H, d), 1.54~1.60 (1H,
m) 1.73~1.82 (2H, m), 1.88~1.
94 (1H, m), 1.99 (2H, quint),
2.14 (3H, s), 2.23 (3H, s), 2.3
8 (2H, t), 2.39 (2H, d), 4.14 (2
H, t), 5.28 (1H, dd), 6.64 (1H,
d), 7.01 (1H, d), 7.03 (1H, t),
7.10 (2H, d), 7.13 (1H, d), 7.2
9 (2H, d), 7.45 (1H, t), 7.67 (1
H, d), 9.45 (1H, s), 12.14 (1H, br
s)

【0567】実施例 36

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(
α, 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-3, 5-ジ
メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸
を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[2-メチル-
4-(α, 4-ジイソブチルベンジルオキシ)フェニ
ル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート]

元素分析値 (C₂₁H₂₃NO₂)

	C (%)
理論値	73.93
実験値	73.89

質量分析値 (m/z): 504 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 1.60 (3H, d),
1.85 (1H, m), 2.16 (3H, s), 2.1
7~2.22 (2H, m), 2.27 (3H, s),
2.45 (2H, d), 2.52 (2H, t), 4.2
6 (2H, t), 5.25 (1H, q), 6.56 (1

* 実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(
α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2, 3-メ
チルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン
酸を得た。原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(
α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ)-2, 3-
ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチ
レート

【0566】理化学的性状

融点 125~126°C from hexan
e-Et₂O

*

として)

	H (%)	N (%)
理論値	7.94	2.57
実験値	7.86	2.52

※【0568】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 532 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.96 (6H, dd),
1.52~1.59 (1H, m) 1.79~1.88
(2H, m), 1.92~2.02 (1H, m), 2.
10~2.16 (2H, m), 2.20 (3H, s),
2.41~2.47 (4H, m), 4.20 (2H,
t), 5.11 (1H, q), 6.69 (1H, q),
6.74 (1H, d), 6.97 (1H, d), 7.0
5 (3H, m), 7.24 (2H, t), 7.40 (1
H, quint), 7.60 (1H, d), 8.22
(1H, q), 9.29 (1H, s), 10.50 (1
H, br),

【0569】実施例 37

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-
イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-2, 5-ジ
メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸
を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イ
ソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-2, 5-ジメ
チルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレ
ート]

※【0570】理化学的性状

	H (%)	N (%)
理論値	7.40	2.78
実験値	7.39	2.72

H, s) 7.01 (1H, d), 7.09~7.13
(3H, m), 7.26~7.29 (3H, m), 7.
42~7.47 (1H, m), 7.58 (1H, s),
8.25 (1H, dd), 9.17 (1H, s)

【0571】実施例 38

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-
イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-2, 6-

(56)

特開平5-163223

109

110

ジメチルフェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソプロピル- α -メチルベンジルオキシ)]-2, 6-ジメチル- α -メチルベンジルオキシ)]-2, 6-ジメチル

*チルフェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレート]

【0572】理化学的性状

元素分析値 ($C_{21}H_{23}NO_2$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.93	7.40	2.78
実験値	73.69	7.48	2.72

質量分析値 (m/z): 504 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (6H, d), 1.60 (3H, d), 1.85 (1H, m), 2.16~2.21 (8H, m), 2.45 (2H, d), 2.51 (2H, t), 4.23 (2H, t), 5.26 (1H, q), 6.64 (1H, s), 7.01 (1H, d), 7.08~7.12 (3H, m), 7.26~7.29 (2H, m), 7.46 (1H, t), 8.21 (1H, d), 8.78 (1H, s).

元素分析値 ($C_{22}H_{25}NO_2 \cdot 0.2H_2O$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.73	7.62	2.69
実験値	73.70	7.65	2.71

質量分析値 (m/z): 518 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.91 (6H, d), 1.59 (3H, d), 1.86 (1H, m), 2.08 (3H, s), 2.15 (6H, s), 2.20~2.24 (2H, m), 4.47 (2H, d), 2.54 (2H, t), 4.27 (2H, t), 4.85 (1H, q), 7.02 (1H, d), 7.11~7.13 (3H, m), 7.30~7.31 (2H, m), 7.42~7.47 (2H, m), 8.27 (1H, dd), 9.30 (1H, s).

元素分析値 ($C_{21}H_{23}NO_2$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.08	7.22	2.74
実験値	73.79	7.48	2.71

質量分析値 (m/z): 504 ($M+1$)⁺核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 1.16 (3H, t), 1.62 (3H, d), 1.84 (1H, m), 2.22 (2H, q), 2.44 (2H, d), 2.57 (4H, m), 4.28 (2H, t), 5.27 (2H, q), 6.73 (1H, dd), 6.79 (1H, d), 7.20 (1H, d), 7.11 (2H, m), 7.25 (3H, m), 7.45 (1H, m), 7.62 (1H, d), 8.24 (1H, d), 9.16 (1H, s).

元素分析値 ($C_{21}H_{23}NO_2$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.93	7.40	2.78
実験値	73.66	7.55	2.69

※【0573】実施例 39

10 実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソプロピル- α -メチルベンジルオキシ)]-2, 3, 5-トリメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソプロピル- α -メチルベンジルオキシ)]-2, 3, 5-トリメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート]

※【0574】理化学的性状

-0.2H₂O として)

★【0575】実施例 40

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2-エチル-4-(4-イソプロピル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチリックアシドを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[2-エチル-4-(4-イソプロピル- α -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート]

【0576】理化学的性状

融点 65~66℃

☆s)

【0577】実施例 41

40 実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソプロピル- α -プロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソプロピル- α -プロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート]

【0578】理化学的性状

☆ 融点 amorphous crystal

(57)

特開平5-163223

111

112

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.93 (3H, t), 1.32~1.60 (2H, m), 1.68~1.88 (2H, m), 1.91~2.03 (1H, m), 2.26 (2H, quint), 2.43 (2H, d), 2.60 (2H, t), 4.25 (2H, t), 5.05 (1H, dd) 6.85 (2H, d), 7.00 (1H, d), 7.10 (2H, d), 7.12 (1H, t), 7.26 (2H, d), 7.42~7.50 (1H, m), 7.48 (2H, d), 8.24 (1H, d)*

元素分析値 (C₂₃H₂₈NO₂ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.55	7.77	2.63
実験値	74.31	7.91	2.58

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 0.94 (3H, d), 0.98 (3H, d), 1.48~1.60 (1H, m), 1.76~1.91 (2H, m), 1.89~1.99 (1H, m), 2.18 (2H, quint) 2.22 (3H, s), 2.44 (2H, d), 2.50 (2H, t), 4.26 (2H, t), 5.15 (1H, dd), 6.72 (1H, dd), 6.77 (1H, d), 7.03 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.13 (1H, t), 7.27 (2H, d), 7.43~7.51 (1H, m), 7.64 (1H, *)

元素分析値 (C₂₂H₂₅NO₂ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.25	7.59	2.71
実験値	74.33	7.44	2.70

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 518 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 0.94 (3H, t), 0.98 (3H, d), 1.50~1.61 (1H, m), 1.75~1.86 (2H, m), 1.86~2.02 (1H, m), 2.26 (2H, quint) 2.43 (2H, d), 2.60 (2H, t), 4.25 (2H, t), 5.12 (1H, dd), 6.85 (2H, d), 7.00 (1H, d), 7.10 (2H, d), 7.11 (1H, t), 7.26 (2H, d), 7.43~7.49 (1H, m), 7.47 (2★)

元素分析値 (C₂₂H₂₅NO₂ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.25	7.59	2.71
実験値	74.08	7.68	2.71

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d₆, TMS内部標準)

*d), 9.57 (1H, s)

【0579】実施例 42

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0580】理化学的性状

融点 amorphous crystal

として)

C (%) H (%) N (%)

理論値 7.77 2.63

実験値 7.91 2.58

*d), 8.26 (1H, dd) 9.25 (1H, s)

【0581】実施例 43

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(α, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0582】理化学的性状

融点 125~127℃ (ヘキサン-CH₂Cl₂)

として)

C (%) H (%) N (%)

理論値 7.59 2.71

実験値 7.44 2.70

★H, d), 8.24 (1H, dd), 9.58 (1H, s)

【0583】実施例 44

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0584】理化学的性状

融点 127~130℃ (Et₂O)

として)

C (%) H (%) N (%)

理論値 7.59 2.71

実験値 7.68 2.71

δ: 0.84 (6H, d), 0.94 (3H, t), 1.76~1.96 (3H, m), 2.00 (2H, d)

(58)

特開平5-163223

113

uint), 2.13 (3H, s), 2.23 (3H, s), 2.40 (2H, t), 2.41 (2H, d), 4.17 (2H, t), 5.21 (1H, t), 6.64 (1H, d), 7.05 (1H, t), 7.06 (1H, t), 7.14 (2H, d), 7.19 (1H, d), 7.30 (2H, d), 7.45~7.53 (1H, m), 7.71 (1H, dd), 9.49 (1H, s)

【0585】実施例 45

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2,3-メチル

元素分析値 (C₂₇H₃₃NO₃ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.55	7.77	2.63
実験値	74.50	7.80	2.65

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 0.84 (6H, d), 0.94 (3H, d), 1.00 (3H, d), 1.81 (1H, sept), 2.00 (2H, quint), 2.10 (1H, sept), 2.14 (3H, s), 2.26 (3H, s), 2.40 (2H, t), 2.42 (2H, d), 4.17 (2H, t), 5.04 (1H, d), 6.59 (1H, d), 7.03 (1H, d), 7.05 (1H, t), 7.14 (2H, d), 7.18 (1H, d), 7.27 (2H, d), 7.45~7.52 (1H, m), 7.73 (1H, dd), 9.49 (1H, s) ※

元素分析値 (C₂₇H₃₃NO₃ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	71.88	7.37	3.10
実験値	71.63	7.37	3.12

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.60 (3H, s), 1.68 (3H, s), 1.73 (3H, s), 2.00~2.16 (4H, m), 2.31 (2H, quint), 2.64 (2H, t), 4.29 (2H, t), 4.54 (2H, d), 5.08~5.15 (1H, m), 5.48~5.54 (1H, m), 6.93 (2H, d), 7.02 (1H, d), 7.15 (1H, t), 7.44~7.52 (1H, m), 7.59 (2H, d), 8.27

元素分析値 (C₂₇H₃₃NO₃ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.23	7.58	3.01
実験値	71.94	7.66	2.88

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 466 (M+1)⁺

329 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.61 (3H, s), 1.68 (3H, s),

114

*ジメチル-4-(4-イソブチル-α-イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0586】理化学的性状

融点 137~139℃ (ヘキサン-Et

※12.17 (1H, br)

【0587】実施例 46

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0588】理化学的性状

融点 85~88℃ (Et₂O-H₂O)

★ (1H, dd), 9.64 (1H, s)

【0589】実施例 47

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

★40 【0590】理化学的性状

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.23	7.58	3.01
実験値	71.94	7.66	2.88

1.72 (3H, s), 1.97~2.16 (4H, m), 2.24 (2H, quint), 2.39 (3H, s), 2.56 (3H, t), 4.31 (2H, t), 4.53 (2H, d), 5.12 (1H, br t), 5.51 (1H, br t), 6.97~6.83 (2H, m), 7.05 (1H, d), 7.14 (1

(59)

特開平5-163223

115

116

H, t), 7.45~7.52 (1H, m), 7.76~7.80 (1H, m), 8.29 (1H, dd), 9.28 (1H, s)

【0591】実施例 48

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[2,3-ジメチル-4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0592】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 480 (M+1)⁺

343 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 1.60 (3H, s), 1.68 (3H, s), *

元素分析値 (C₂₃H₃₂NO₅ として)

	C (%)
理論値	75.09
実験値	75.04

質量分析値 (m/z): FAB 624 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 0.85 (12H, d), 1.74~1.89 (2H, m), 1.94~2.04 (2H, m), 2.38~2.45 (6H, m), 4.13 (2H, t), 5.03 (4H, s), 7.00 (1H, d), 7.04 (1H, t), 7.11~7.17 (5H, m), 7.23~7.27 (1H, m), 7.33 (2H, m), 7.37 (2H, m), 7.43~7.50 (1H, m), 7.52 (1H, m), 7.63 (1H, dd), 9.96 (1H, s), 12.16 (1H, br s)

【0595】実施例 51

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-プロピル-α-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物:エチル 4-[2-N-[2,3-ジメチル-4-(4-プロピル-α-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0596】理化学的性状

元素分析値 (C₂₃H₃₂NO₅ として)

	C (%)
理論値	73.24
実験値	73.44

【0599】実施例 53

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2,3-

*1.71 (3H, s), 1.97~2.14 (4H, m), 2.16~2.28 (2H, m), 2.10 (3H, s), 2.12 (3H, s), 2.56 (2H, t), 4.29 (2H, t), 4.54 (2H, d), 5.12 (1H, m), 5.52 (1H, t), 6.78 (1H, d), 7.04 (1H, d), 7.14 (1H, t), 7.46~7.52 (2H, m), 8.29 (1H, dd), 9.22 (1H, s)

【0593】実施例 49

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[3,4-ビス-(4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-N-[3,4-ビス-(4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0594】理化学的性状

融点 149~151℃ (ヘキサン-Et₂O)

	H (%)	N (%)
	7.27	2.25
	7.36	2.29

*質量分析値 (m/z): 490 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.93 (3H, t), 1.61~1.65 (5H, m), 2.21 (3H, s), 2.18~2.21 (2H, m), 2.27 (3H, s), 2.55 (4H, dt), 4.25 (2H, t), 5.25 (1H, q), 6.62 (1H, d), 6.91 (1H, d), 7.08~7.14 (3H, m), 7.25~7.33 (3H, m), 7.45 (1H, quint), 8.23 (1H, dd), 9.18 (1H, s)

【0597】実施例 52

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-[4-エチル-α-メチルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-N-[2,3-ジメチル-4-[4-エチル-α-メチルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0598】理化学的性状

融点 127~8℃

	H (%)	N (%)
	6.99	2.95
	6.97	2.92

ジメチル-4-(4-α-ジメチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

(60)

特開平5-163223

117

118

原料化合物: エチル 4-[2-N-[2,3-ジメチル-4-(4,α-ジメチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート *

*【0600】理化学的性状
融点 147~2℃

元素分析値 (C₂₈H₃₁NO₃) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.86	6.77	3.03
実験値	73.11	6.95	3.03

【0601】実施例 54

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

*原料化合物: エチル 4-[2-N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート
【0602】理化学的性状
融点 102~3℃

元素分析値 (C₂₈H₃₁NO₃) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.52	6.93	2.84

【0603】実施例 55

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[3-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[3-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0604】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 462 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.90 (6H, d), 1.86 (1H, m), 2.27 (2H, m), 2.46 (2H, d), 2.60 (2H, t), 4.24 (2H, t), 5.05 (2H, s), 6.74 (1H, dd), 6.98 (1H, d), 7.0~7.3 (5H, m), 7.34 (2H, d), 7.45 (1H, t), 7.62 (1H, t), 8.25 (1H, dd), 9.80 (1H, s)

【0605】実施例 56

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[3-(4-イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[3-(4-イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート ★40

元素分析値 (C₂₈H₃₁NO₃) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.56	7.35	2.77

質量分析値 (m/z): 490 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 1.63 (3H, d), 1.83 (1H, m), 2.22 (1H, m), 2.26 (3H, s), 2.43 (2H, d), 2.56 (2

20 質量分析値 (m/z): 489 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ: 0.88 (6H, d), 1.62 (3H, d), 1.84 (1H, m), 2.24 (2H, m), 2.29 (3H, s), 2.43 (2H, d), 2.55 (2H, t), 4.30 (2H, t), 5.28 (1H, q), 6.58 (1H, d), 7.0~7.2 (5H, m), 7.26 (2H, d), 7.47 (1H, t), 7.55 (1H, d), 8.27 (1H, d), 9.45 (1H, s)

【0607】実施例 57

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[3-イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-4-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]シブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[3-(4-イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)-4-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0608】理化学的性状

融点 120~121℃

【0609】実施例 58

(61)

特開平5-163223

119

120

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(2-フェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-(2Z-フ

元素分析値 ($C_{25}H_{23}NO_4$ として)

	C (%)
理論値	74.80
実験値	74.76

質量分析値 (m/z): EI 401 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO- d_6 , TMS内部標準)

δ : 1.99 (2H, quint), 2.39 (2H, t), 4.13 (2H, t), 6.59 (2H, s), 7.051 (1H, t) 7.14~7.31 (8H, m), 7.48 (1H, t) 7.60 (2H, d), 7.63 (1H, d), 10.12 (1H, s), 12.11 (1H, br)

【0611】実施例 59

元素分析値 ($C_{25}H_{23}NO_4$ として)

	C (%)
理論値	74.80
実験値	74.68

質量分析値 (m/z): EI 401 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO- d_6 , TMS内部標準)

δ : 2.00 (2H, quint), 2.41 (2H, t), 4.14 (2H, t), 7.07 (1H, t), 7.10~7.21 (3H, m), 7.26 (1H, d), 7.37 (2H, t), 7.46~7.50 (1H, m), 7.58 (4H, brd), 7.66 (1H, d), 7.74 (2H, d), 10.18 (1H, s), 12.11 (1H, br)

【0613】実施例 60

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(2- α -イソブチル)フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[2Z-(4- α -イソブチル)フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0614】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 458 ($M+1$)⁺

121 (base peak)

元素分析値 ($C_{25}H_{23}NO_4$ として)

	C (%)
理論値	76.12
実験値	76.29

質量分析値 (m/z): EI 457 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO- d_6 , TMS内部標準)

*フェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0610】理化学的性状

融点 144~146°C (Et₂O)

※実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[2E-フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-[2E-フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0612】理化学的性状

融点 188~190°C (ヘキサン-Et₂O)

※

元素分析値 ($C_{25}H_{23}NO_4$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.80	5.77	3.49
実験値	74.68	5.88	3.48

★赤外線吸収スペクトル (KBr) cm^{-1} : FAB (Pos.)

457 (M^+)⁺

核磁気共鳴スペクトル (400MHz, DMSO- d_6 , TMS内部標準)

δ : 0.87 (6H, d), 1.78~1.85 (1H, m), 1.99 (2H, quint), 2.37~2.43 (4H, m), 4.13 (2H, t), 6.53 (1H, d), 6.60 (1H, d), 7.04~7.11 (3H, m), 7.15~7.20 (5H, m), 7.59~7.64 (3H, m) 10.12 (1H, s), 12.14 (1H, br)

【0615】実施例 61

実施例21と同様にして 4-[2E-[N-[4-[2-(4- α -イソブチル)フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[2E-(4- α -イソブチル)フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0616】理化学的性状

★ 融点 163~166°C (エーテル)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	76.12	6.83	3.06
実験値	76.29	6.87	3.04

δ : 0.87 (6H, d), 1.84 (1H, sep t), 2.00 (2H, quint), 2.42 (2H, t), 2.45 (2H, d), 4.14 (2H,

(62)

特開平5-163223

121

t), 7.06 (1H, t), 7.14~7.19 (5H, m), 7.45~7.52 (1H, m), 7.49 (2H, d), 7.55 (2H, d), 7.65 (1H, dd), 7.73 (2H, d), 10.17 (1H, s), 12.13 (1H, br)

【0617】実施例 62

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

元素分析値 ($C_{22}H_{24}N_2O_6 \cdot O \cdot 3H_2O$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.57	7.27	5.84
実験値	72.28	6.96	5.76

質量分析値 (m/z): 474 (M^+)核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.85 (6H, d), 1.75 (1H, m), 2.11 (2H, m), 2.33 (2H, d), 2.40 (2H, m), 2.90 (3H, s), 4.11 (2H, t), 4.39 (2H, s), 6.67 (2H, d), 6.90 (1H, d), 6.98 (2H, d), 7.05 (1H, t), 7.20 (2H, d), 7.37 (1H, t), 7.58 (2H, d), 7.58 (2H, d), 8.17 (1H, dd), 9.66 (1H, s)

【0619】実施例 63

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[N-エチル-4-イソブチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[N-エチル-4-イソブチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0620】理化学的性状

元素分析値 ($C_{22}H_{26}N_2O_6 \cdot O \cdot 7H_2O$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.62	7.88	5.29
実験値	72.44	7.66	5.18

質量分析値 (m/z): 516 (M^+)核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.85 (6H, d), 0.91 (6H, d), 1.73 (1H, m), 1.9~2.2 (3H, m),

【0623】実施例 65

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

元素分析値 ($C_{21}H_{28}N_2O_6$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.08	7.62	5.57
実験値	73.69	7.68	5.47

質量分析値 (m/z): 502 (M^+)核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.88 (6H, d), 0.90 (3H, t),

122

* [(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0618】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 489 ($M+1$)核磁気共鳴スペクトル (CDCI₃, TMS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 1.20 (3H, t), 1.78 (1H, m), 2.29 (2H, m), 2.38 (2H, d), 2.61 (2H, t), 3.49 (2H, m), 4.27 (2H, t), 4.47 (2H, s), 6.9~7.1 (5H, m), 7.23 (1H, t), 7.29 (2H, d), 7.48 (1H, dt), 7.61 (2H, d), 8.45 (1H, dd), 9.86 (1H, s)

【0621】実施例 64

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[N, 4-ジイソブチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[N, 4-ジイソブチルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0622】理化学的性状

★ [(4-イソブチル-N-プロピルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[4-イソブチル-N-プロピルアニリン)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

★ 【0624】理化学的性状

1.65 (2H, m), 1.76 (1H, m), 2.27 (2H, m), 2.33 (2H, d), 2.60 (2H, t), 3.30 (2H, t), 4.25 (2H, t), 4.47 (2H, s), 6.61 (2H, d),

(63)

特開平5-163223

123

6. 96 (2H, d), 6. 98 (1H, d), 7. 11 (1H, t), 7. 21 (1H, t) 7. 21 (2H, d), 7. 44 (1H, dt), 7. 58 (2H, d), 8. 25 (1H, dd)

【0625】実施例 66

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

元素分析値 (C₂₈H₃₈N₂O₄ · 0. 5H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72. 41	7. 49	5. 63
実験値	72. 47	7. 29	5. 48

質量分析値 (m/z): 488 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 88 (6H, d), 1. 79 (1H, m), 2. 21 (2H, m), 2. 29 (3H, s), 2. 36 (2H, d), 2. 53 (2H, t), 2. 94 (3H, s), 4. 29 (2H, t), 4. 42 (2H, s), 6. 70 (2H, d), 6. 99 (2H, d), 7. 02 (1H, d), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 46 (1H, dt), 7. 93 (1H, d), 8. 27 (1H, dd), 9. 44 (1H, s)

【0627】実施例 67

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)エチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)エチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0628】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 489 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 81 (1H, m), 2. 30 (2H, m), 2. 38 (2H, d), 2. 63 (2H, m), 2. 81 (2H, m), 2. 87 (3H, s), 3. 51 (2H, t), 4. 27 (2H, t), 6. 69 (2H, d), 6. 9~7. 2 (6H, m), 7. 46 (1H, dt), 7. 59 (2H, d), 8. 26 (1H, dd) 9. 77 (1H, s)

元素分析値 (C₂₈H₃₈N₂O₄ · 0. 2H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	71. 18	6. 85	5. 53
実験値	71. 15	6. 86	5. 51

質量分析値 (m/z): 503 (M+1)⁺

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 85 (6H, d), 1. 80 (1H, m), 2. 17 (2H, m), 2. 19 (3H, s), 2. 40 (2H, d), 2. 48 (2H, t), 3. 47 (3

124

* 2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0626】理化学的性状

※【0629】実施例 68

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[3-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリン)メチル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0630】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 488 (M⁺)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0. 88 (6H, d), 1. 79 (1H, m), 2. 23 (2H, m), 2. 25 (3H, s), 2. 36 (2H, d), 2. 54 (2H, d), 2. 97 (3H, s), 4. 30 (2H, t), 4. 44 (2H, s), 6. 65 (2H, d), 6. 9~7. 1 (4H, m), 7. 1~7. 2 (2H, m), 7. 48 (1H, dt), 7. 69 (1H, d), 8. 28 (1H, d), 9. 46 (1H, s)

【0631】実施例 69

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチルカルバモイル]2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチルカルバモイル]2-メチルフェノキシ]カルバモイル]ブチレート

【0632】理化学的性状

融点: 139~140℃

元素分析値 (C₂₈H₃₈N₂O₄ · 0. 2H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	71. 18	6. 85	5. 53
実験値	71. 15	6. 86	5. 51

質量分析値 (m/z): 503 (M+1)⁺

【0633】実施例 70

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンズアミド)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

(64)

特開平5-163223

125

イル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-N-[4-[4-イソブチルベンズアミド]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0634】理化学的性状

質量分析値(m/z): 474 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ: 0.90 (6H, d), 1.91 (1H, m),
2.09 (2H, m), 2.46 (2H, t), 2.5 10
4 (2H, d), 4.19 (2H, t), 7.05 (1
H, t), 7.14 (1H, d), 7.27 (2H, *

元素分析値(C₂₂H₂₁N₂O₄・0.2H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.84	7.25	5.86
実験値	72.93	7.25	5.70

質量分析値(m/z): 474 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 1.83 (1H, m),
2.27 (2H, m), 2.48 (2H, d), 2.6
1 (2H, t), 2.97 (3H, s), 4.24 (2
H, t), 4.47 (2H, s), 6.74 (2H,
m), 6.78 (2H, m), 7.0~7.2 (5H,
m), 7.43 (1H, dt), 6.98 (1H,
d), 7.49 (2H, d), 8.24 (1H, d) *

元素分析値(C₂₂H₂₁N₂O₄・0.2H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.84	7.25	5.86
実験値	72.77	7.23	5.80

質量分析値(m/z): 474 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 1.84 (1H, m),
2.15 (2H, m), 2.21 (3H, s), 2.4
3~2.48 (4H, m), 4.21 (4H, m),
6.48 (2H, d), 6.68 (1H, m), 6.9
8 (1H, d), 7.05~7.10 (3H, m),
7.23 (2H, d), 7.41 (1H, t), 7.5
4 (1H, d), 8.23 (1H, s), 8.23 (1★40

元素分析値(C₂₂H₂₁N₂O₄・0.5H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.41	7.49	5.63
実験値	72.51	7.46	5.57

質量分析値(m/z): 489 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 1.84 (1H, m),
2.22 (2H, m), 2.27 (3H, s), 2.4
4 (2H, d), 2.55 (2H, t), 2.98 (3

126

*d), 7.48 (1H, t), 7.6~7.8 (5H,
m), 7.89 (2H, d), 10.04 (1H,
s), 10.10 (1H, s) 12.08 (1H, s)

【0635】実施例 71

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物:エチル 4-[2-N-[4-[4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0636】理化学的性状

融点: 109~110℃

元素分析値(C₂₂H₂₁N₂O₄・0.2H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.84	7.25	5.86
実験値	72.93	7.25	5.70

質量分析値(m/z): 474 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 1.83 (1H, m),
2.27 (2H, m), 2.48 (2H, d), 2.6
1 (2H, t), 2.97 (3H, s), 4.24 (2
H, t), 4.47 (2H, s), 6.74 (2H,
m), 6.78 (2H, m), 7.0~7.2 (5H,
m), 7.43 (1H, dt), 6.98 (1H,
d), 7.49 (2H, d), 8.24 (1H, d) *

原料化合物:エチル 4-[2-[N-[N-(4-イソブチルベンジル)アミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0638】理化学的性状

融点: 109~110℃

元素分析値(C₂₂H₂₁N₂O₄・0.2H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.84	7.25	5.86
実験値	72.77	7.23	5.80

質量分析値(m/z): 474 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 1.84 (1H, m),
2.15 (2H, m), 2.21 (3H, s), 2.4
3~2.48 (4H, m), 4.21 (4H, m),
6.48 (2H, d), 6.68 (1H, m), 6.9
8 (1H, d), 7.05~7.10 (3H, m),
7.23 (2H, d), 7.41 (1H, t), 7.5
4 (1H, d), 8.23 (1H, s), 8.23 (1★40

原料化合物:エチル 4-[2-N-[4-[N-(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0640】理化学的性状

融点: 109~110℃

元素分析値(C₂₂H₂₁N₂O₄・0.5H₂O として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.41	7.49	5.63
実験値	72.51	7.46	5.57

δ: 0.89 (6H, d), 1.84 (1H, m),
2.22 (2H, m), 2.27 (3H, s), 2.4
4 (2H, d), 2.55 (2H, t), 2.98 (3

質量分析値(m/z): 489 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDCl₃, TMS内部標準)

δ: 0.89 (6H, d), 1.84 (1H, m),
2.22 (2H, m), 2.27 (3H, s), 2.4
4 (2H, d), 2.55 (2H, t), 2.98 (3

(65)

特開平5-163223

127

128

実施例21と同様にして 4-[2-[N-(4-ベンズヒドロリルアミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-(4-ベンズヒド*

元素分析値 ($C_{21}H_{26}N_2O_4 \cdot 0.4H_2O$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.20	6.19	5.58
実験値	74.08	6.23	5.35

質量分析値 (m/z): 494 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 2.1~2.3 (5H, m), 2.52 (2H, m), 4.24 (2H, t), 5.48 (1H, s), 6.42 (2H, m), 6.99 (1H, d), 7.09 (1H, t), 7.2~7.4 (10H, m), 7.43 (1H, t), 7.49 (1H, d), 8.22 (1H, d), 9.15 (1H, s)

※

元素分析値 ($C_{27}H_{32}N_2O_4 \cdot 0.2H_2O$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	76.31	7.34	4.81
実験値	76.29	7.25	4.73

質量分析値 (m/z): 578 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.93 (6H, t), 1.61 (4H, m), 2.18 (5H, m), 2.53 (6H, m), 4.25 (2H, t), 5.42 (1H, s), 6.40 (2H, m), 6.99 (1H, d), 7.08~7.12 (5H, m), 7.23 (4H, d), 7.43 (1H, t), 7.47 (1H, d), 8.22 (1H, d), 9.10 (1H, s)

★

元素分析値 ($C_{26}H_{26}N_2O_4$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	77.39	7.79	4.51
実験値	77.25	7.79	4.47

質量分析値 (m/z): 620 (M^+)

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標準)

δ : 0.89 (12H, d), 1.84 (2H, m), 2.1~2.3 (5H, m), 2.44 (4H, d), 2.54 (2H, t), 4.25 (2H, t), 4.58 (4H, s), 6.61 (2H, m), 6.98 (1H, d), 7.0~7.2 (9H, m), 7.43 (1H, t), 7.53 (1H, d), 8.23 (1H, d), 9.17 (1H, s)

【0647】実施例 77

1-(4-イソブチルフェニル)ペンタノール360mgと四塩化炭素10mlの溶液に、室温下三臭化リン0.73mlを滴下し、室温で一晩攪拌した。反応液を氷水に注ぎ、炭酸カリウムにて中和し、クロロホルムで

*リルアミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0642】理化学的性状

※【0643】実施例 75

10 実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[ビス(4-プロピルフェニル)メチル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[ビス(4-プロピルフェニル)メチルアミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0644】理化学的性状

★【0645】実施例 76

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[N,N-ビス(4-イソブチルベンジル)アミノ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[N,N-ビス(4-イソブチルベンジル)アミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0646】理化学的性状

融点 149~150℃

抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥後、減圧下、溶媒を留去して粗製の1-(4-イソブチルフェニル)ベンチルプロマイド460mgを得た。このもののジメチルホルムアミド25ml溶液に、室温下、エチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-2,3-ジメチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート500mg、炭酸カリウム360mg、及びテトラブチルアンモニウムプロマイド100mgを加え、100℃で一晩攪拌した。反応液の溶媒を減圧下留去し、残留物を酢酸エチルで抽出し、抽出液を水及び飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を減圧下留去し、残留物をシリカゲルクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(4:1)の濃液で溶出し、粗製のエチル 4-[2-[N-(2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -ブチ

(66)

特開平5-163223

129

ルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレート54mgを得た。このもののジオキサン0.2mlとエタノール0.6mlの混合溶液に、室温下5規定水酸化ナトリウム水溶液0.8mlを加え、室温で20分間攪拌した。反応液の溶媒を減圧下留去し、残留物を水に溶解し、濃塩酸でpH=1にした後、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下溶媒を留去して4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -ブチルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸51mgを得た。

【0648】理化学的性状

質量分析値(m/z): 546 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル(CDC1₃, TMS内部標準)

δ : 0.87~0.91 (9H, m), 1.26~1.47 (4H, m), 1.78~1.84 (2H, m), 1.96~2.01 (1H, m), 2.15~2.18 (2H, m), 2.20 (3H, s), 2.28 (3H, s), 2.42 (2H, d), 2.50 (2H, t), 4.23 (2H, t), 5.03~5.06 (1H, m), 6.55 (1H, d), 6.99 (1H, d), 7.07~7.10 (3H, m), 7.21~7.26 (3H, m), 7.41~7.43 (1H, m), 8.21~8.23 (1H, m), 9.20 (1H, s)

【0649】実施例 78

実施例77と同様にして 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル- α -イソアミルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。

元素分析値(C₂₇H₃₇NO₃)

	C (%)
理論値	71.18
実験値	71.19

質量分析値(m/z): FAB(Pos.) 455 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル(100MHz, DMSO-d₆, TMS内部標準)

δ : 0.85 (6H, d), 0.90 (3H, d), 1.08~1.36 (6H, m), 1.44~1.79 (4H, m), 2.01 (2H, quint), 2.42 (2H, t), 3.98 (2H, brt), 4.15 (2H, t), 6.91 (2H, d), 7.07 (1H, t), 7.17 (1H, d), 7.45~7.52 (1H, m), 7.63 (2H, d), 7.66 (1

元素分析値(C₂₇H₃₇NO₃)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	71.61	8.37	2.98
実験値	71.51	8.46	2.90

130

*原料化合物: 1-(4-イソブチルフェニル)-4-メチルペンタノール

【0650】理化学的性状

質量分析値(m/z): 560 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル(CDC1₃, TMS内部標準)

δ : 0.87~0.89 (12H, m), 1.23~1.30 (1H, m), 1.39~1.47 (1H, m), 1.53~1.60 (1H, m), 1.80~1.86 (2H, m), 1.95~2.01 (1H, m), 2.15~2.19 (2H, m), 2.20 (3H, s), 2.28 (3H, s), 2.42 (2H, d), 4.23 (2H, t), 5.00~5.04 (1H, m), 6.55 (1H, d), 6.99 (1H, d), 7.07~7.10 (3H, m), 7.22~7.26 (3H, m), 7.41~7.45 (1H, m), 8.21~8.23 (1H, m), 9.21 (1H, s)

【0651】実施例 79

4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチルオクト-2,6-ジエニルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸 136mg (278mmol)のエタノール(3ml)溶液にアルゴン気流下10%パラジウム炭素50mgを加え、水素置換し、水素の吸収が終わるまで攪拌した。触媒を濾去し、濾液を減圧濃縮後、エタノール-ヘキサンで再結晶し、4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチル) オクタールオキシフェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸131mgを得た。

【0652】理化学的性状

*融点 86~88°C (ヘキサン-EtOH)として)

	H (%)	N (%)
理論値	8.19	3.07
実験値	8.17	2.98

*H, dd), 9.94 (1H, s), 12.13 (1H, br)

【0653】実施例 80

実施例79と同様にして 4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチル) オクタールオキシ-2-メチルフェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。

原料化合物: 4-[2-[N-[4-(3,7-ジメチルオクト-2,6ジエニルオキシ)-2-メチルフェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸

【0654】理化学的性状

(67)

特開平5-163223

131

132

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 470
($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, $CDCl_3$,
TMS内部標準)

δ : 0.86 (6H, d), 0.93 (3H, d),
1.08~1.36 (6H, m), 1.46~1.72
(3H, m), 1.75~1.87 (1H, m), 2.
23 (2H, quint), 2.30 (3H, s),
2.56 (2H, t), 3.98 (2H, brt),
4.31 (2H, t), 6.76~6.81 (2H,
m), 7.05 (1H, d), 7.14 (1H, t),
7.45~7.52 (1H, m), 12.7.76~
7.79 (1H, m), 8.28 (1H, dd), 9.
27 (1H, s)

【0655】実施例 81

実施例79と同様にして 4-[2-[N-[4-フェ
ネチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸
を得た。

原料化合物: 4-[2-[N-[4-(2E-フェニ
ル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブ
タン酸

元素分析値 ($C_{22}H_{22}NO_4$ として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	75.79	7.24	3.05
実験値	75.76	7.26	3.06

質量分析値 (m/z): FAB (Pos.) 460
($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-
 d_6 , TMS内部標準)

δ : 0.84 (6H, d), 1.79 (1H, sep
t), 2.00 (2H, quint), 2.39 (2
H, d), 2.41 (2H, t), 2.30 (4H, b
rs), 4.13 (2H, t), 7.07~7.18
(8H, m), 7.44~7.50 (1H, m), 7.
60 (2H, d), 7.64 (1H, dd), 10.0
2 (1H, s)

【0659】実施例 83

4-イソブチル N-[2-[N-[4-(4-イソブチ
ルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキ
シ]アセチル]グリシネート210mgとメチレンクロ
ライド2ml溶液に氷冷下トリフルオロ酢酸2mlを加
え、室温で2時間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、得
られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食
塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、溶媒を減
圧下留去した。得られた結晶性残渣をヘキサンで洗浄す
ることにより、N-[2-[N-[4-(4-イソブ
チルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノ
キシ]アセチル]グリシン160mgを得た。

【0660】理化学的性状:

質量分析値 (m/z): 491 ($M+1$)⁺

* 【0656】理化学的性状

融点 181~121°C (ヘキサン- Et_2O)

核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-
 d_6 , TMS内部標準)

δ : 1.92 (2H, quint), 2.40 (2H,
t), 3.34 (4H, s), 4.13 (2H, t),
7.05 (1H, t), 7.14~7.26 (9H,
m), 7.47 (1H, t), 7.60 (2H, d),
7.65 (1H, d), 10.02 (1H, s), 1
2.11 (1H, br)

【0657】実施例 82

実施例79と同様にして 4-[2-[N-[4-
[2-(4-イソブチル)フェニルエチルフェニル]カル
バモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: 4-[2-[N-[4-[2E-(4-イ
ソブチル)フェニル]エチルフェニル]カルバモイ
ル]フェノキシ]ブタン酸

【0658】理化学的性状

融点 98~99°C (ヘキサン- Et_2O)

*

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	75.79	7.24	3.05
実験値	75.76	7.26	3.06

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標
準)

δ : 0.84 (6H, d), 1.78 (1H, m),
2.38 (2H, d), 3.90 (2H, m), 4.8
3 (2H, s), 4.84 (2H, s), 6.7~6.
8 (3H, m), 7.0~7.7 (6H, m), 7.8
1 (2H, m), 8.70 (1H, t), 9.27 (1
H, m)

【0661】実施例 84

アルゴン気流下、4-[2-[N-[2,3-ジメチル
-4-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキ
シ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチロ
ベンジルヒドロキサマート260mgとメタノール10
mgの溶液に10%パラジウム炭素50mgを加え、水
素置換した後、室温で5時間攪拌した。触媒を濾去し、
濾液を減圧濃縮し、得られた残渣をヘキサンで洗浄す
ることにより、4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4
-(4-イソブチル- α -プロピルベンジルオキシ)フ
ェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチロヒドロキサ
ム酸210mgを得た。

【0662】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 547 ($M+1$)⁺

核磁気共鳴スペクトル ($CDCl_3$, TMS内部標
準)

δ : 0.87 (6H, d), 0.94 (3H, t),

(68)

特開平5-163223

133

1. 41 (1H, m), 1. 51 (1H, m), 1. 81 (2H, m), 1. 98 (1H, m), 2. 0~2. 3 (10H, m), 2. 42 (2H, d), 4. 08 (2H, m), 5. 05 (1H, dd), 6. 54 (1H, d), 6. 8~7. 2 (4H, m), 7. 2~7. 4 (4H, m), 7. 93 (1H, d), 8. 58 (1H, s)

【0663】実施例 85

4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸 140mgとテトラヒドロフラン2mlの溶液に、N,N'-カルボニルジイミダゾールを55mg加え、室温で1時間攪拌した後、反応液にシアナミド50mgを加え、室温で15時間攪拌した。反応液に水を加え、減圧濃縮した。得られた残渣を1規定塩酸でpH<5に調整し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、クロロホルム：メタノール：酢酸(98:1:8:0.2)で溶出し、4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸シアナミド50mgを得た。

【0664】理化学的性状

質量分析値(m/z): 485 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDC1₂, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 85 (1H, m), 1. 14 (2H, m), 2. 4~2. 6 (4H, m), 4. 04 (2H, t), 4. 84 (2H, s), 6. 71 (2H, d), 6. 89 (1H, d), 7. 07 (1H, t), 7. 17 (2H, d), 7. 2~7. 4 (4H, m), 7. 43 (1H, dt), 7. 99 (1H, *

元素分析値(C₂₅H₂₇NO₅・0.2 H₂Oとして)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	71. 44	6. 32	3. 20
実験値	71. 51	6. 26	3. 16

質量分析値(m/z): 433 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDC1₂, TMS内部標準)

δ: 1. 24 (6H, d), 2. 28 (2H, m), 2. 61 (2H, t), 2. 88 (1H, m), 4. 26 (2H, t), 6. 92 (2H, d), 6. 99 (3H, m), 7. 11 (1H, t), 7. 16 (2H, d), 7. 45 (1H, dt), 7. 60 (2H, d), 8. 25 (1H, dd), 9. 76 (1H, s) ※

元素分析値(C₂₇H₂₉NO₅として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72. 46	6. 53	3. 13
実験値	72. 29	6. 51	3. 09

質量分析値(m/z): 447 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDC1₂, TMS内部標準)

*d), 9. 42 (1H, s), 10. 8 (1H, m)

【0665】実施例 86

2-(3-シアノプロポキシ)-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド150mgのN,N-ジメチルホルムアミド1.5ml溶液に、アシ化ナトリウム80mgと塩化アンモニウム80mgを加え130℃で24時間攪拌した。反応液を酢酸エチルで希釈し1規定塩酸、水、飽和食塩水で順次洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、クロロホルム：メタノール(97:3)の混液で溶出し、4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)-2-[3-(5-テトラゾリル)プロポキシ]ベンズアニリド25mgを得た。

【0666】理化学的性状

質量分析値(m/z): 486 (M+1)⁺核磁気共鳴スペクトル(CDC1₂, TMS内部標準)

δ: 0. 90 (6H, d), 1. 85 (1H, m), 2. 35 (2H, m), 2. 48 (2H, d), 3. 12 (2H, t), 3. 97 (2H, t), 4. 92 (2H, s), 6. 8~6. 9 (3H, m), 7. 0~7. 6 (8H, m), 7. 94 (1H, d), 9. 11 (1H, s)

【0667】実施例 87

実施例21と同様にして 4-[2-[N-(4-イソプロピルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソプロピルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0668】理化学的性状

元素分析値(C₂₅H₂₇NO₅・0.2 H₂Oとして)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	71. 44	6. 32	3. 20
実験値	71. 51	6. 26	3. 16

※【0669】実施例 88

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-ブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-ブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0670】理化学的性状

元素分析値(C₂₇H₂₉NO₅として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72. 46	6. 53	3. 13
実験値	72. 29	6. 51	3. 09

質量分析値(m/z): 447 (M⁺)核磁気共鳴スペクトル(CDC1₂, TMS内部標準)

50 δ: 0. 93 (3H, t), 1. 35 (2H, m),

(69)

特開平5-163223

135

136

1. 58 (2H, m), 2. 29 (2H, m), 2. 60 (4H, m), 4. 26 (2H, t), 6. 91 (2H, m), 6. 98 (3H, m), 7. 12 (3H, m), 7. 46 (1H, dt), 7. 61 (2H, m), 8. 25 (1H, dd), 9. 76 (1H, s) *

*以下、表1～22に、上記実施例により得られた化合物の化学構造式を示す。

【0671】

【表1】

実施例番号	化学構造式
1	
2	
3	
4	

【0672】

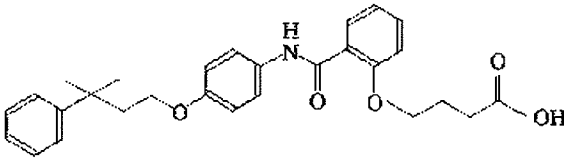
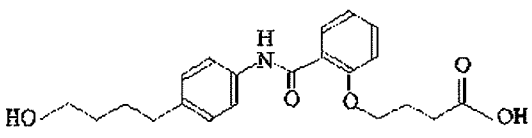
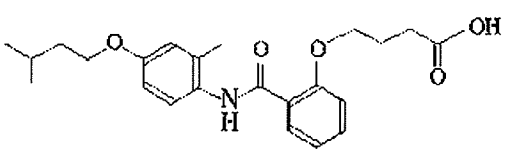
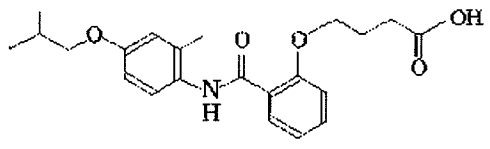
【表2】

(70)

特開平5-163223

137

138

実施例番号	化 学 構 造 式
5	
6	
7	
8	

【0673】

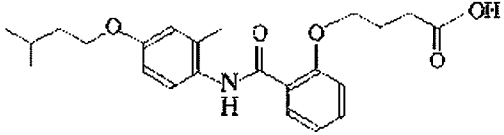
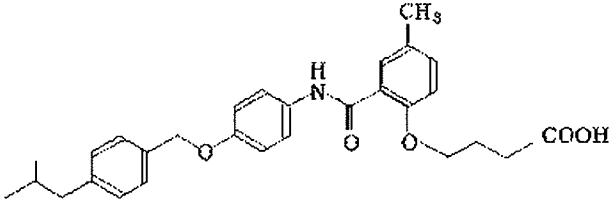
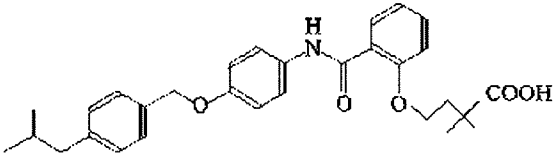
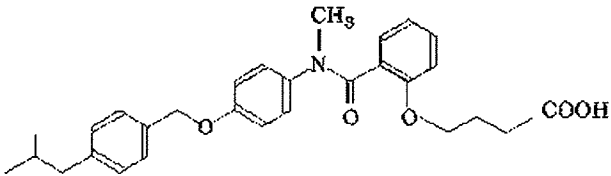
【表3】

(71)

特開平5-163223

139

140

実施例番号	化 学 構 造 式
9	
10	
11	
12	

【0674】

【表4】

(72)

特開平5-163223

141

142

実施例番号	化 学 構 造 式
13	
14	
15	
16	

【0675】

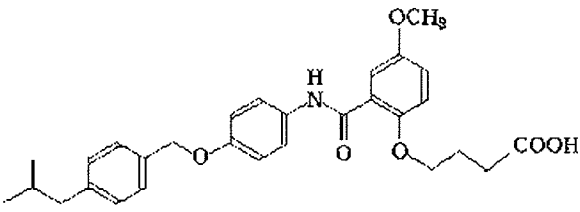
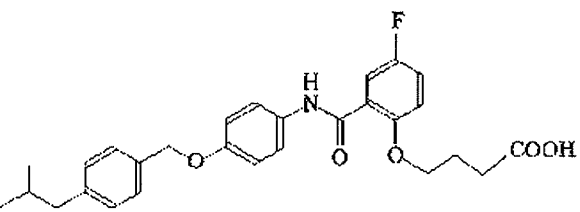
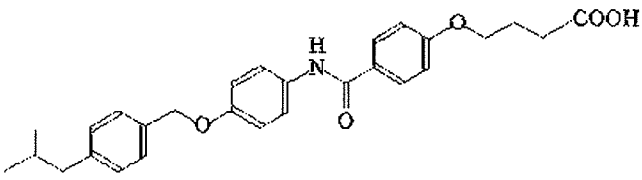
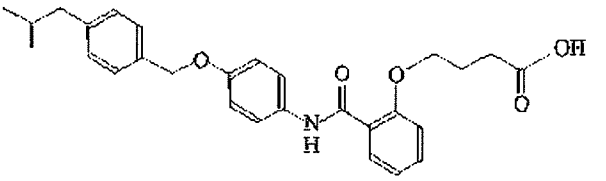
【表5】

(73)

特開平5-163223

143

144

実施例番号	化 学 構 造 式
17	
18	
19	
20	

【0676】

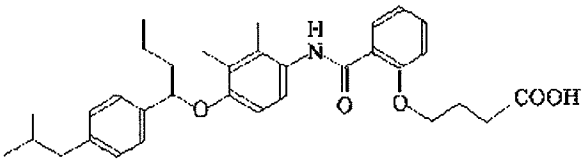
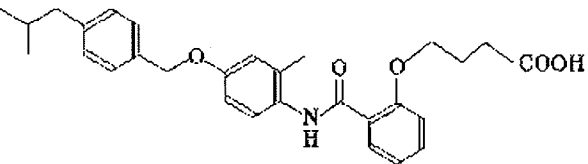
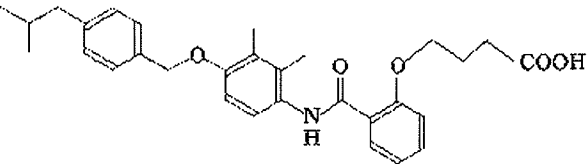
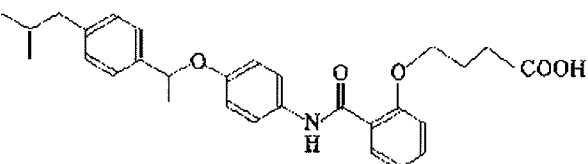
【表6】

(74)

特開平5-163223

145

146

実施例番号	化 学 構 造 式
21	
22	
23	
24	

【0677】

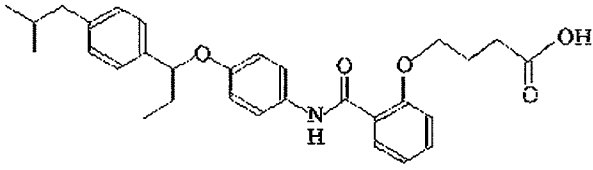
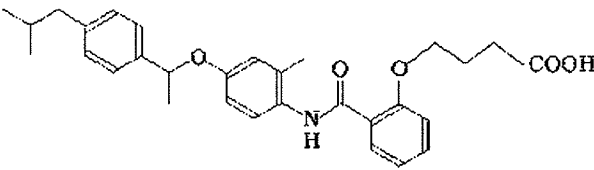
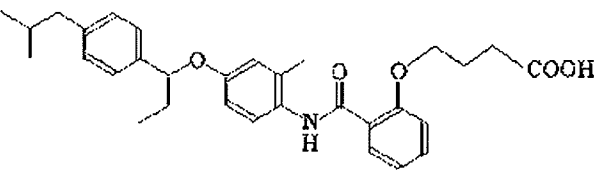
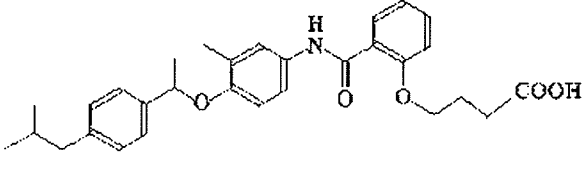
【表7】

(75)

特開平5-163223

147

148

実施例番号	化 学 構 造 式
25	
26	
27	
28	

【0678】

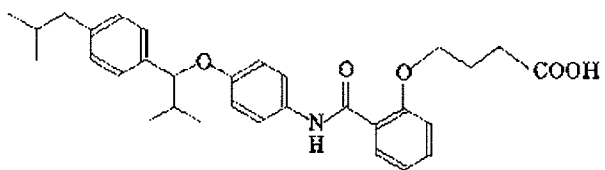
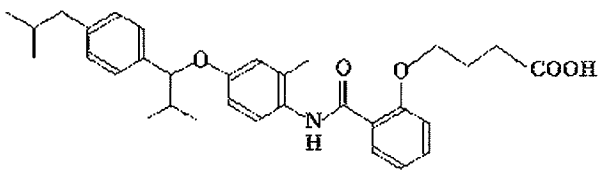
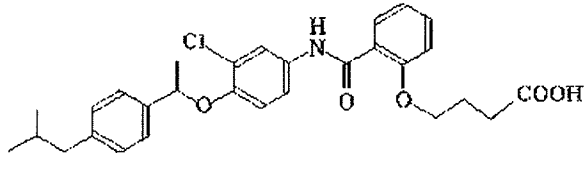
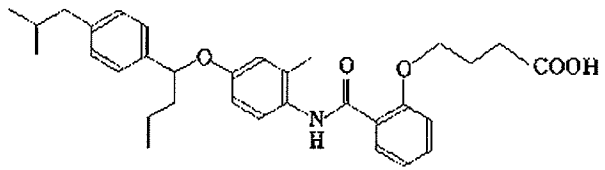
【表8】

(76)

特開平5-163223

149

150

実施例番号	化 学 構 造 式
29	
30	
31	
32	

【0679】

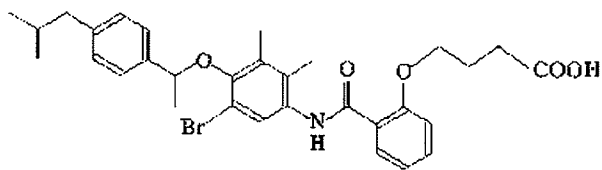
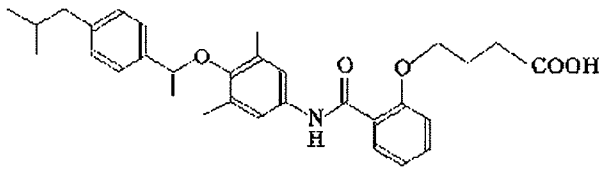
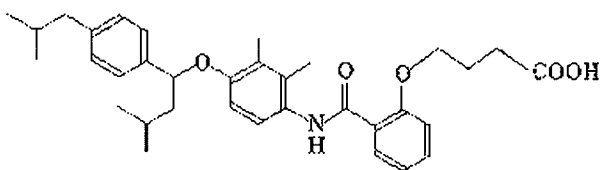
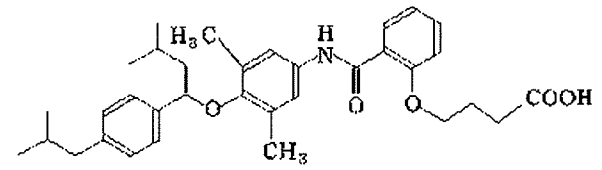
【表9】

(77)

特開平5-163223

151

152

実施例番号	化 学 構 造 式
33	
34	
35	
36	

【0680】

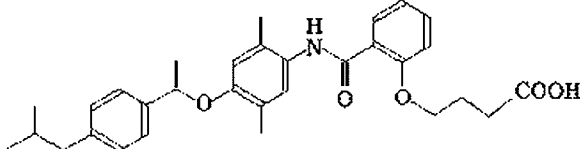
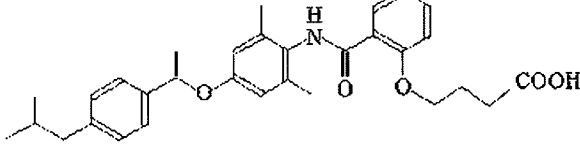
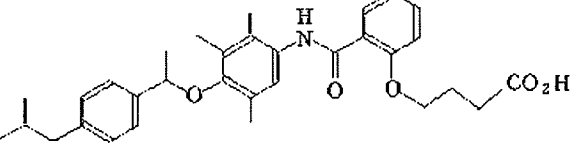
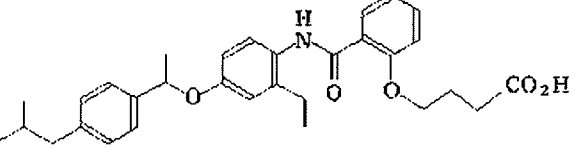
【表10】

(78)

特開平5-163223

153

154

実施例番号	化 学 構 造 式
37	
38	
39	
40	

【0681】

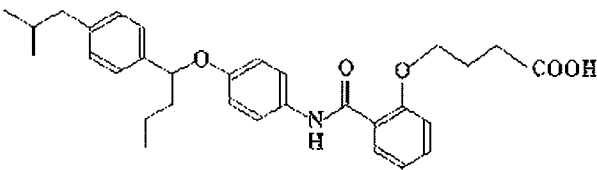
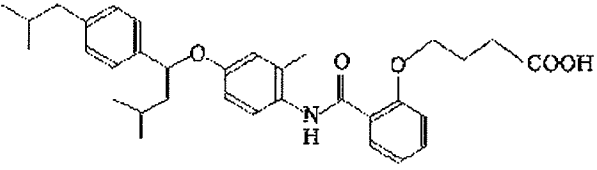
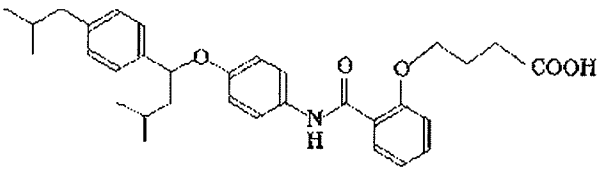
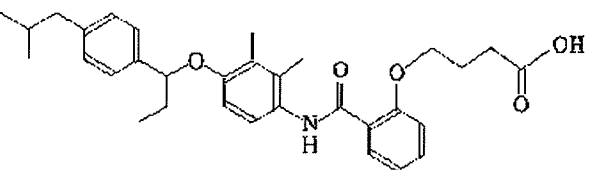
【表11】

(79)

特開平5-163223

155

156

実施例番号	化 学 構 造 式
41	
42	
43	
44	

【0682】

【表12】

(80)

特開平5-163223

157

158

実施例番号	化 学 精 造 式
45	
46	
47	
48	

【0683】

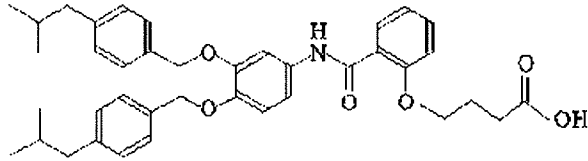
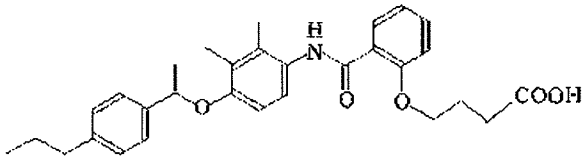
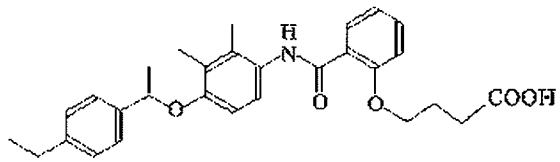
【表13】

(81)

特開平5-163223

159

160

実施例番号	化 学 構 造 式
49	
51	
52	

【0684】

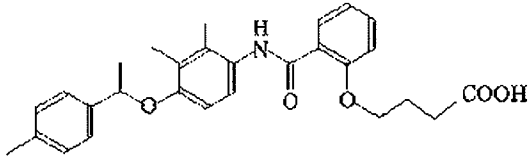
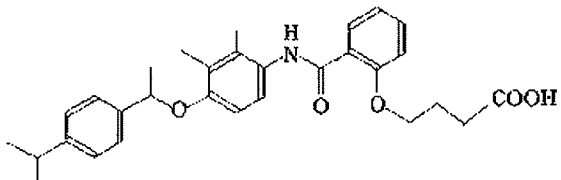
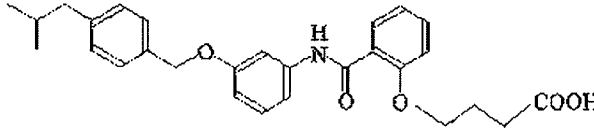
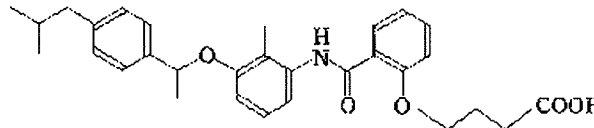
【表14】

(82)

特開平5-163223

161

162

実施例番号	化 学 構 造 式
53	
54	
55	
56	

【0685】

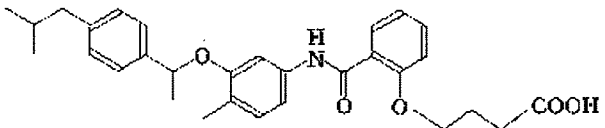
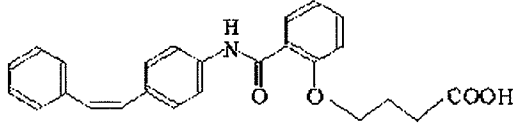
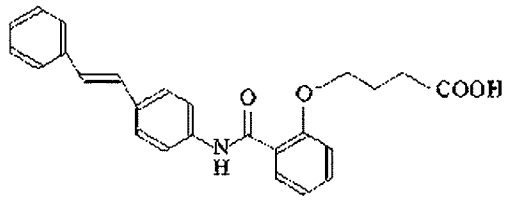
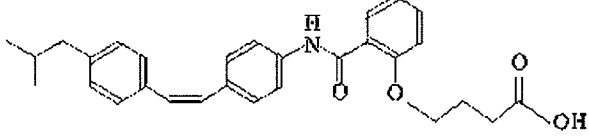
【表15】

(83)

特開平5-163223

163

164

実施例番号	化 学 構 造 式
57	
58	
59	
60	

【0686】

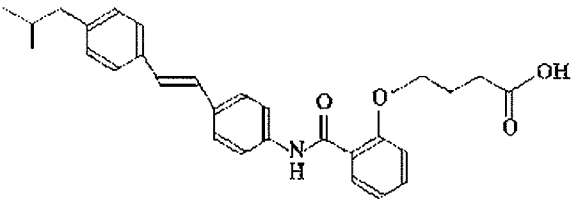
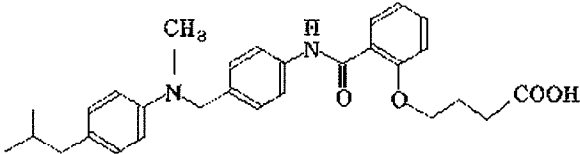
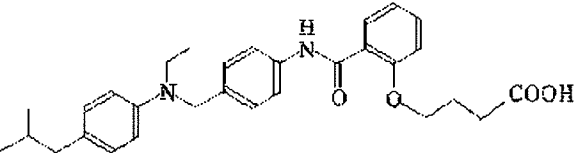
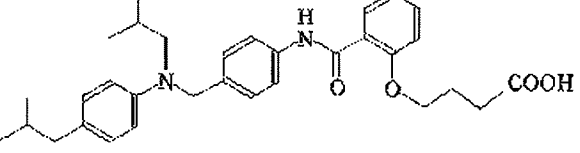
【表16】

(84)

特開平5-163223

165

166

実施例番号	化 学 構 造 式
61	
62	
63	
64	

【0687】

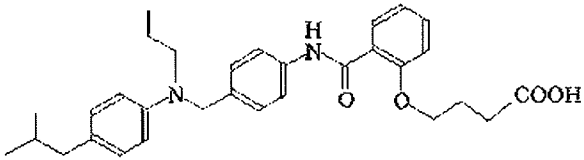
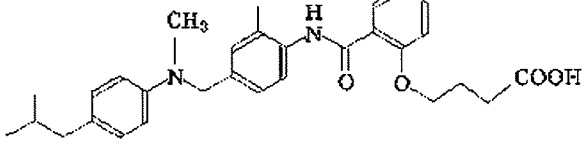
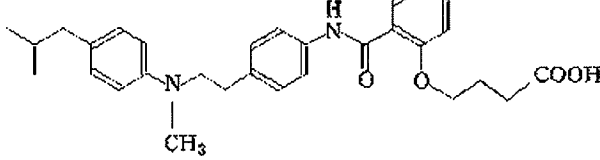
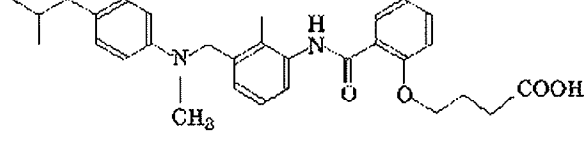
【表17】

(85)

特開平5-163223

167

168

実施例番号	化 学 構 造 式
65	
66	
67	
68	

【0688】

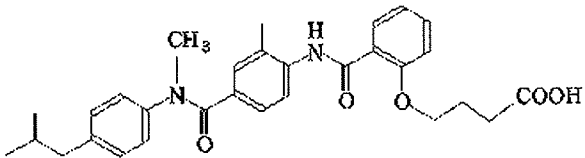
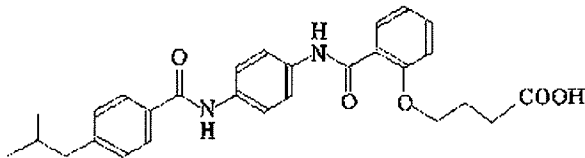
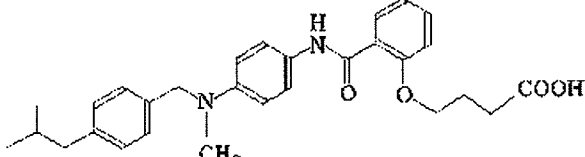
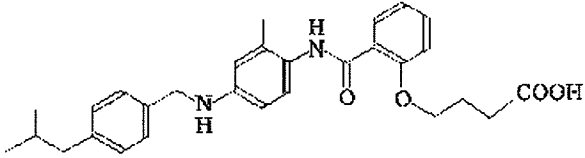
【表18】

(86)

特開平5-163223

169

170

実施例番号	化 学 構 造 式
69	
70	
71	
72	

【0689】

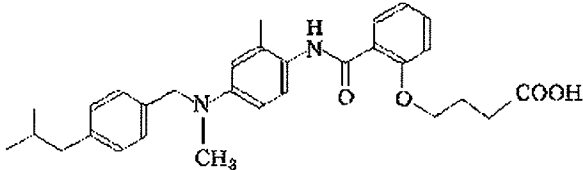
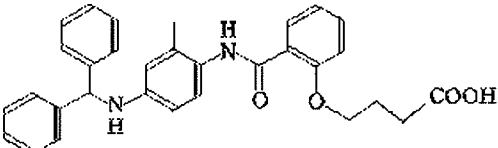
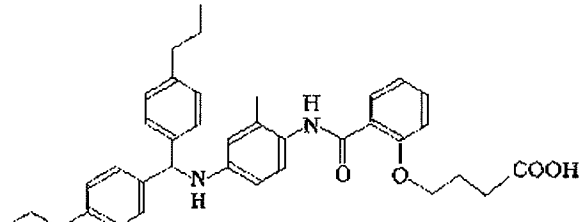
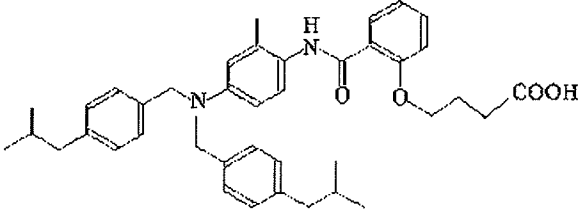
【表19】

(87)

特開平5-163223

171

172

実施例番号	化 学 構 造 式
73	
74	
75	
76	

【0690】

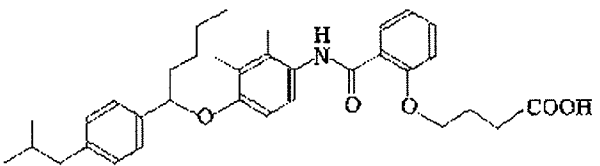
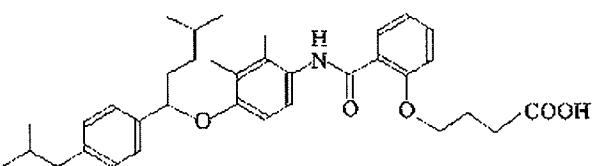
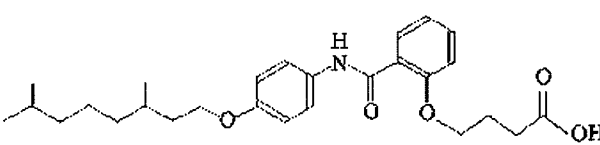
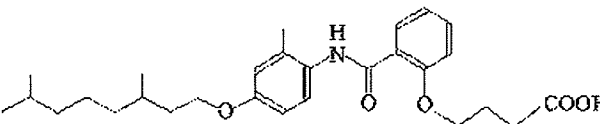
【表20】

(88)

特開平5-163223

173

174

実施例番号	化 学 構 造 式
77	
78	
79	
80	

【0691】

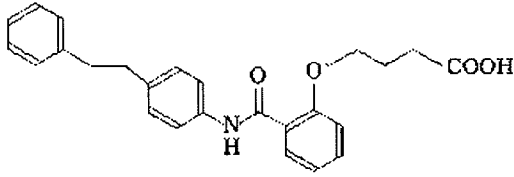
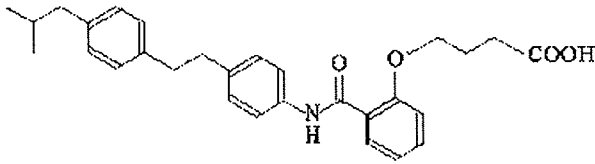
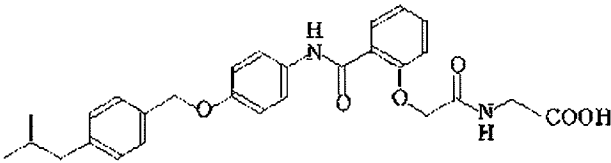
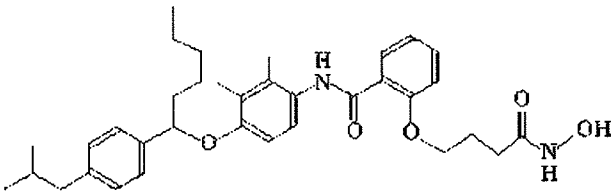
【表21】

(89)

特開平5-163223

175

176

実施例番号	化 学 構 造 式
81	
82	
83	
84	

【0692】

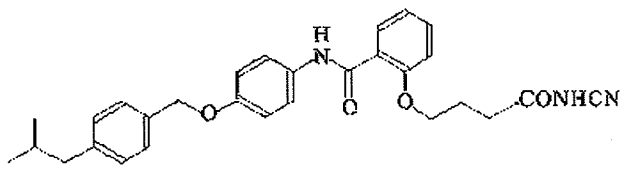
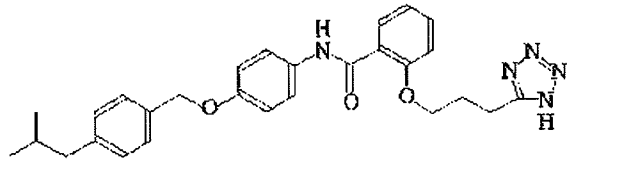
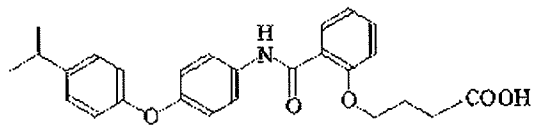
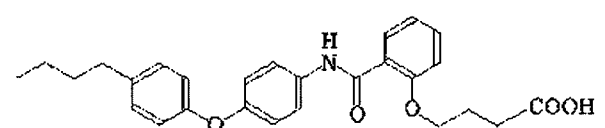
【表22】

(90)

特開平5-163223

177

178

実施例番号	化 学 構 造 式
85	
86	
87	
88	

フロンページの続き

(51)Int.Cl.

C 07 D 257/04

識別記号

片内整理番号

7619-4C

F I

技術表示箇所

(72)発明者 木村 武徳

茨城県つくば市松代2-5-9 ルーミー

筑波 307

(72)発明者 神徳 宏

茨城県つくば市松代3-25-4-203